ORSAY
N° d'ordre : 544

THESE

PRESENTEE

A L'UNIVERSITE DE PARIS - SUD
CENTRE D'ORSAY

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR INGENIEUR
Spécialité : SCIENCES DES MATERIAUX

par

Mohamed Taoufik LADJEMI

CONCEPTION ET MISE AU POINT D'UN DISPOSITIF EXPERIMENTAL D'IRRADIATION A BASSE TEMPERATURE ET ETUDE DES EFFETS DE L'IRRADIATION ELECTRONIQUE SUR L'ARSENIURE D'INDIUM DE TYPE N

Soutenue le 2 juillet 1982, devant la Commission d'Examen

MM.	J.P. CHAPELLE	Président
	J.H. ALBANY	
	P. AZOU	Examinateurs
	A. VAPAILLE	

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41543523_0045

ORSAY

N° d'ordre : 544

THESE

PRESENTEE

A L'UNIVERSITE DE PARIS - SUD

CENTRE D'ORSAY

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR INGENIEUR

Spécialité : SCIENCES DES MATERIAUX

par

Mohamed Taoufik LADJEMI

CONCEPTION ET MISE AU POINT D'UN DISPOSITIF EXPERIMENTAL D'IRRADIATION A BASSE TEMPERATURE ET ETUDE DES EFFETS DE L'IRRADIATION ELECTRONIQUE SUR L'ARSENIURE D'INDIUM DE TYPE N

Soutenue le 2 juillet 1982, devant la Commission d'Examen

MM.	J.P. CHAPELLE	Président
	J.H. ALBANY	
	P. AZOU	Examinateurs
	A. VAPAILLE	

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

A LA MEMOIRE DE MA MERE

Cette thése a étè efféctuée au Laboratoire de Physique des matériaux du Service de Chimie-Physique (actuellement Département de Physico-Chimie) au Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay.

Je tiens à remercier Monsieur J.H. ALBANY qui m'a acceuilli dans le laboratoire et qui a suivi le développement de ces recherches; ses conseils m'ont constemment guidé dans la réalisation de ce travail.

Monsieur le Professeur J.P. CHAPELLE m'a fait l'honneur d'accepter la présidence de ce jury; qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance.

Je remercie vivement Messieurs les Professeurs P. AZOU et A. VAPAILLE pour l'intérêt qu'ils manifestent à ce travail et d'avoir bien voulu accepter de faire partie du jury.

Je remercie également tous ceux qui ont rendu ce travail possible, en particulier Messieurs H. DJERASSI, J. LELOUP et O. TESTARD.

Enfin je remercie J. LESZCZYSZYN, disparu récemment et J. LE NY pour leur assistance technique.

INTRODUCTION

L'irradiation des semi-conducteurs, avec des particules créé des défauts dont les plus élèmentaires sont les paires de Frenkel (lacunes-intersticiels). Les défauts primaires créés par l'irradiation peuvent interagir soit entre eux soit avec les impuretés ou les défauts préexistants dans le matériau. Ainsi une grande variété de défauts est souvent obtenue aprés irradiation (H.Y. Fan).

Les effets de l'irradiation dépendent d'un grand nombre de paramétres parmi lesquels nous pouvons citer : la nature des particules, leur flux, leur énérgie, les conditions expérimentales de l'irradiation et naturellement le semi-conducteur étudié. D'autre part le mouvement des défauts introduits et leur interaction avec les impuretés dépendent de la température à laquelle se trouve le matériau pendant et aprés l'irradiation (H.Y. Fan). Ainsi la température à laquelle s'effectue l'irradiation est aussi un paramétre important qui a une grande influence sur la production, la nature et le comportement des défauts créés.

Depuis une trentaine d'années, les études sur les effets des rayonnements ont porté en majeure partie sur le Silicium et le Germanium. C'est ainsi que dans le Germanium (de type n ou p) les centres prépondérants introduits sont des centres accepteurs; par contre le Silicium de type n ou p tend vers un comportement intrinséque sous l'effet des bombardements indiquant ainsi que l'irradiation introduit à la fois des centres donneurs et des centres accepteurs (D.E. Hill, H.Y. Fan, H.Y. Fan et K. Lark-Horovitz, G.K. Wertheim, J.H. Albany).

Aprés le Silicium et le Germanium, ces études furent étendues au cas des semi-conducteurs binaires III-V et II-VI. Dans les composés III-V les défauts créés par l'irradiation sont plus stables que dans le Si et le Ge (D.V. Lang), par contre il éxiste une plus grande variété de défauts dans ces composés (J.W. Corbett, L.W. Aukerman, Ed R.K. Willardson) par suite de l'éxistence de deux éléments (par exemple une lacune ou un intersticiel peuvent correspondre à l'un ou à l'autre des deux éléments). De ce fait l'étude des effets de l'irradiation dans les composés III-V apparait plus complexe que dans le cas du Silicium et du Germanium.

Le semi-conducteur le plus étudié parmi les III-V est le GaAs par suite des possibilités d'applications de ce matériau. Dans celui-ci l'irradiation introduit des centres accepteurs et des centres donneurs et le matériau tend vers un comportement intrinséque.

Dans le GaSb, les centres prépondérants introduits par l'irradiation sont des accepteurs (R. Kaiser et H.Y. Fan, J.W. Cleland et J.H. Crawford Jr).

Des centres accepteurs et des centres donneurs sont introduits par l'irradiation dans l'InP (Kekelidze et Kekelidze, J. Leloup et coll.).

Dans l'InSb, des résultats opposés ont étè trouvés selon que celui-ci est irradié (aux électrons) à 80 K ou à 300 K (Zaitov et Polyakov). Dans le premier cas la densité des trous (dans le type p) augmente et le type n se convertit en type p. Dans le deuxiéme cas la densité des trous décroit et le type p se convertit en type n.

L'Arséniure d'Indium reste par ailleurs le composé

le moins étudié en raison peut-être de sa difficulté de fabrication. En effet toutes les tentatives de purification de l'InAs n'ont pu donner qu'un matériau, toujours de type n, ayant une densité de porteurs apparente de l'ordre de 10^{16} cm^{-3}; ceci serait dû à des défauts d'antistructure plutôt qu'à des impuretés résiduelles (D. EFFER), ce qui d'ailleurs reste à démontrer puisque les défauts éxistants dans l'InAs ne sont pas encore bien connus. Enfin l'InAs a la particularité d'avoir une bande interdite étroite (0,35 eV), une faible masse effective électronique ($0,03m_e$) et donc une grande mobilité électronique (3.10^4 $cm^2V^{-1}s^{-1}$). Il est de ce fait apprécié pour sa qualité de détection à basse température et sa sensibilité dans les applications galvanomagnétiques.

Les travaux portant sur les effets d'irradiation sur l'Arséniure d'Indium restent peu nombreux. Aukerman (1959) irradia l'InAs à environ 80 K avec des électrons de 4,5 MeV. Il montra que l'effet principal de l'irradiation est l'introduction de centres donneurs qui augmentent la densité des porteurs dans le matériau de type n et convertissent le type p en type n. Il observe également que la densité des porteurs varie d'une façon quasi-linéaire avec le flux électronique. Il trouve enfin, en même temps que Dixon (1959), que l'InAs de type p (dopé au Zn) présente certaines anomalies qui sont dues à l'existence de microrégions où la conduction est du type n. Par ailleurs Lindsay et Banbury (1972) notent également une variation quasi-linéaire de la densité des porteurs avec le flux électronique (irradiations à 80 K) et observent trois étapes de recuit situées à 160, 250 et 330 K. Enfin Kekelidze

et Kekelidze (1977), ainsi que Soukiassian et coll. (1977) confirment, par des irradiations à la température ambiante avec des électrons de 50 MeV et 2-3 MeV respectivement, l'introduction prédominante de centres donneurs. Kekelidze et Kekelidze trouvent également que les impuretés dopantes dans les échantillons étudiés ont peu d'influence sur les effets de l'irradiation.

Dans ce travail nous apportons une contribution à l'étude des propriétés électriques de l'InAs soumis à des irradiations électroniques à basse température ($< 300K$) et dans ce but nous avons réalisé et mis au point un cryostat approprié d'irradiation et de mesures électriques.

Plus précisément, dans le présent travail nous nous sommes intéressés aux effets de l'irradiation électronique, au voisinage de 0°C, sur l'InAs de type n (non dopé et dopé au Tellure) et ceci en étudiant la densité des défauts introduits en fonction d'une part du flux intégré d'électrons (1.10^{16} à 4.10^{18} e/cm^2) et d'autre part du dopage en Tellure ($1,2.10^{17}$ à $3,5.10^{17}$ cm^{-3}).

Une analyse du taux de défauts introduits en fonction de la densité des porteurs, aussi dans les échantillons non dopés que dopés, a été effectuée en vue de rechercher une éventuelle correlation entre l'introduction de défauts et le niveau de Fermi, ceci a permis en retour de calculer d'une maniére satisfaisante les courbes donnant la densité des porteurs en fonction du flux.

D'un autre côté, l'étude du recuit entre 0 et 500°C a été entreprise sur des échantillons irradiés, dopés et non dopés. L'importance relative des étapes de recuit observées (trois étapes), et donc des variations des densités des

centres correspondants à ces étapes ont été discutées en fonction de la dose d'irradiation reçue par les échantillons.

Par ailleurs l'observation d'un phénoméne d'"anti-recuit" aux hautes températures dans les échantillons irradiés nous a conduit à mieux préciser l'importance de ce phénoméne d'introduction de centres donneurs par traitements thermiques dans les échantillons non dopés et dopés ainsi qu'irradiés et non irradiés.

L'extention des mesures d'irradiation à plus basses températures présente dans ce domaine d'investigations un intéret du premier ordre. Ainsi une partie de notre étude a porté sur la conception, la mise au point et les performances d'un cryostat permettant d'effectuer des irradiations électroniques ainsi que des mesures électriques (résistivité, effet Hall grace à un aimant supraconducteur incorporé,...) dans l'intervalle de température 5-300 K. Un exposé détaillé du principe de fonctionnement et des conditions expérimentales de ce cryostat est présenté dans ce travail. Ce dispositif expérimental a ainsi étè utilisé, pour la premiére fois, pour étudier l'effet d'irradiation à 20 et 70 K sur l'InAs non dopé. De même l'étude du recuit, aprés irradiation à 20 K, a étè faite dans l'intervalle 20-300 K. Ces résultats sont discutés et comparés à ceux qui sont obtenus par irradiation à 0°C, permettant d'apporter une contribution à l'étude de l'influence de la température d'irradiation sur les défauts introduits.

La premiére partie de ce travail porte sur le dispositif expérimental d'irradiation et de mesures électriques à basse température; et la seconde partie est consacrée à l'étude de l'effet d'irradiation électronique sur

l'Arséniure d'Indium de type n.

PREMIERE PARTIE

ETUDE ET MISE AU POINT D'UN DISPOSITIF EXPERIMENTAL D'IRRADIATION ELECTRONIQUE ET DE MESURES ELECTRIQUES A BASSE TEMPERATURE

(5 - 300 K)

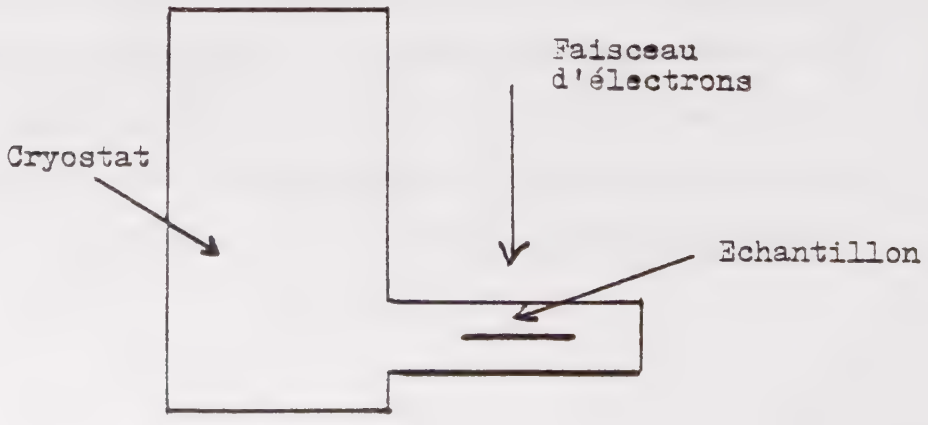
1- OBJECTIFS DE L'INSTALLATION

Pour la réalisation d'expériences d'irradiation à basse température nous avons étè amené à concevoir et mettre au point un dispositif expérimental permettant de telles expériences. Les principaux objectifs que nous nous étions fixés étaient de pouvoir irradier nos matériaux à une température stabilisée et d'en mesurer les propriétès électriques à l'intérieur même de l'installation. La température d'irradiation doit pouvoir être stabilisée à toute valeur comprise entre 4,2 et 300K. Les propriétès électriques (Effet Hall et résistivité) dès matériaux irradiés doivent être mesurées avant que ceux-ci ne puissent subir aucun échauffement. C'est ainsi que l'installation devait être munie d'un dispositif permettant de créer un champ magnétique nécessaire aux mesures d'Effet Hall. D'autre part, afin d'étudier le comportement des défauts introduits par l'irradiation (recuit, transformation, stabilité,...) nous voulions conduire des expériences de recuits (isochrones ou isothermes) sur les échantillons à l'intérieur même de l'installation; celle-ci devra donc être munie d'un systéme nous permettant d'amener et de maintenir nos échantillons à toute température comprise entre 4,2 et 300 K. Par ailleurs l'installation devant travailler aussi bien sous irradiation qu'en dehors des irradiations, il était nécessaire de prévoir deux circuits de refroidissement ayant des consommations différentes selon l'utilisation. Enfin des fenétres minces étaient à prévoir pour le passage des Electrons ainsi que des fenétres permettant la réalisation d'expériences optiques sur les échantillons.

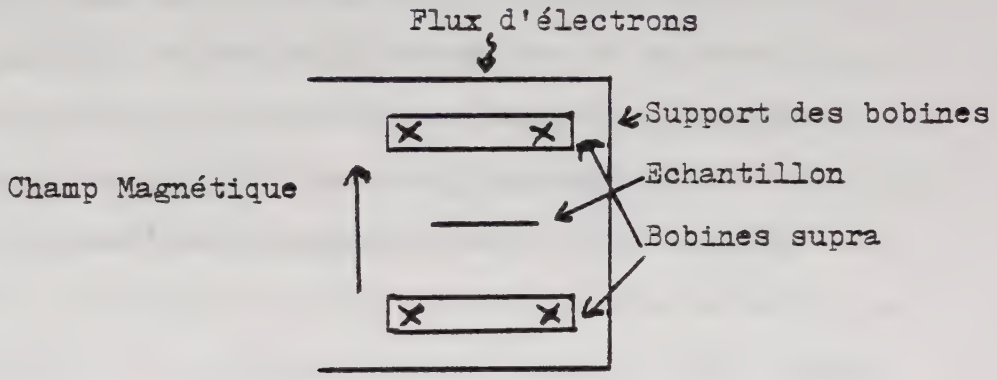
2- CONCEPTION DE L'INSTALLATION

Il existe deux principes de cryostat: le cryostat dont l'enceinte expérimentale est sous vide et où l'échantillon est refroidi par conduction solide, et le cryostat à circulation où l'échantillon est refroidi par la circulation d'un gaz froid. Quand nous exposons notre échantillon, et par conséquent le cryostat, aux irradiations il en résulte un échauffement de l'ensemble et il est nécessaire de pouvoir refroidir l'échantillon rapidement. De cè fait le cryostat à conduction, où l'échange thermique se fait trés lentement est inadapté à notre cas, et c'est ainsi que nous avons décidé de réaliser un cryostat à circulation d'Hélium. Dans celui-ci, l'échantillon est refroidi par la circulation de l'Hélium gaz froid. Ce gaz est obtenu par évaporation de l'He liquide contenu dans un reservoir faisant partie de l'installation.

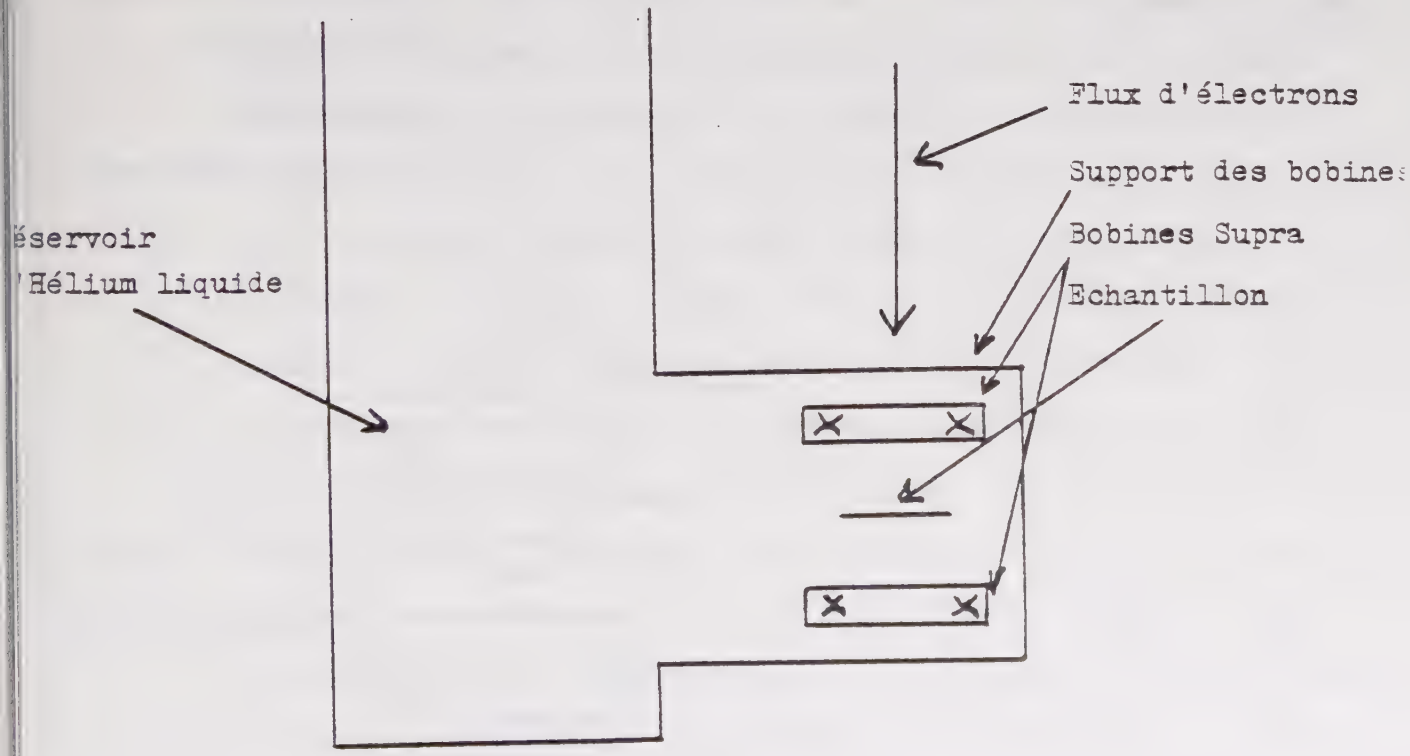
La forme géométrique du cryostat à réaliser, est essentiellement imposée par la direction du faisceau d'électrons. Le tir des électrons étant vertical, il faut placer l'échantillon (à irradier) dans un plan horizontal. Par ailleurs le corps du cryostat (contenant le réservoir d'Hélium liquide) doit être vertical, il faut donc le prolonger par une enceinte horizontale où on placera l'échantillon.



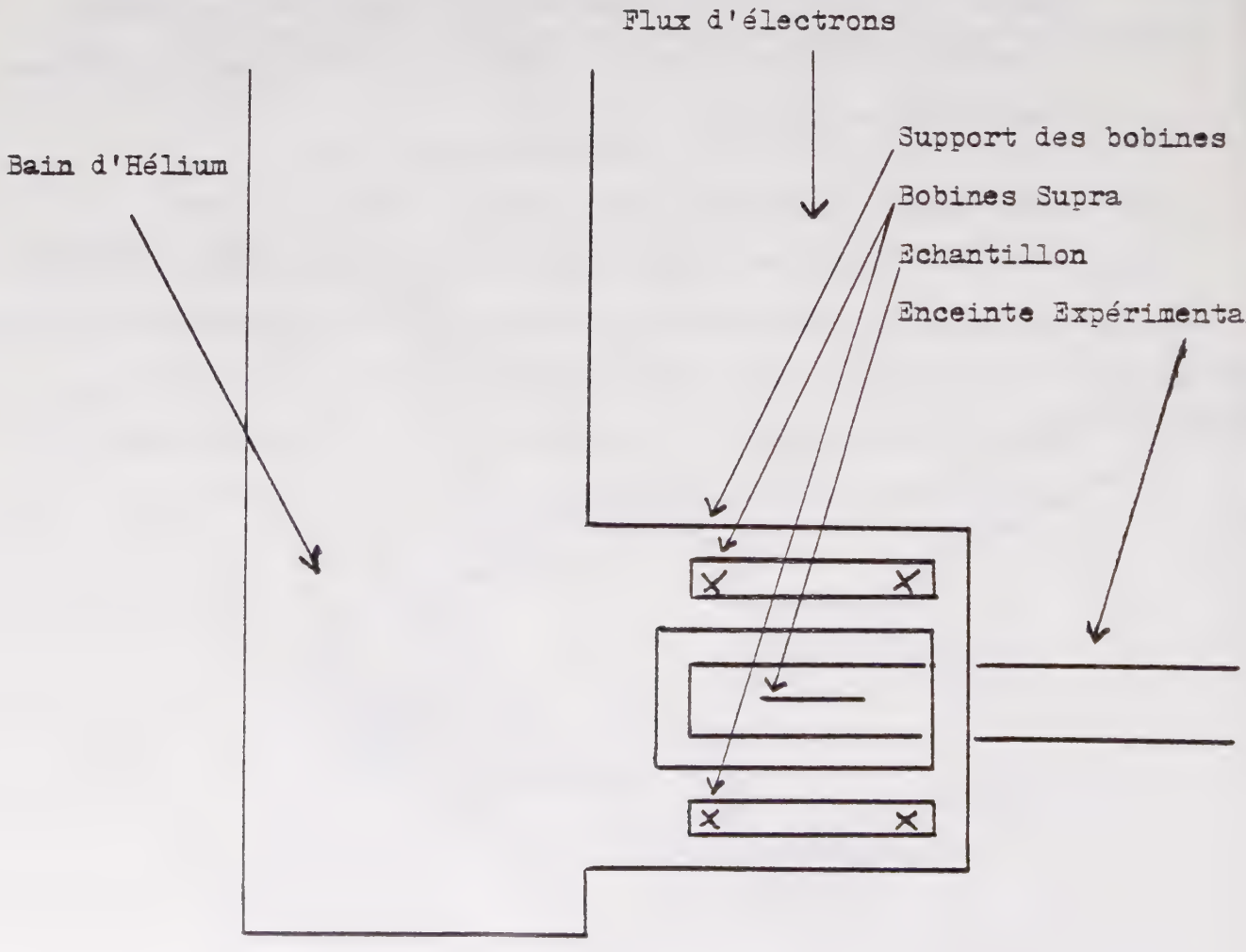
D'autre part le champ magnétique, nécessaire aux mesures d'Effet Hall, sera produit par deux bobines supra-conductrices. Celles-ci doivent produire un champ paralléle à la plus petite dimension de l'échantillon (donc dans la même direction que le flux d'électrons). L'échantillon devra se placer entre les bobines et au centre de symétrie de celles-ci comme l'indique le schéma ci-dessous.



Enfin l'enceinte des bobines sera en communication avec le réservoir d'Hélium puisque celles-ci doivent baigner constemment dans le liquide.



Dans le schéma précédent la position de l'échantillon par rapport au flux d'électrons et par rapport aux bobines est correcte mais celui-ci (l'échantillon) ne doit pas se trouver dans l'Hélium liquide puisque nous voulons faire varier sa température depuis 4,2 jusqu'à 300 K. C'est ainsi qu'il faut prévoir une enceinte expérimentale qui devra passer entre les bobines et être en dehors du bain d'Hélium. Pour limiter le bain d'Hélium il faut prévoir une autre paroi qui délimite l'enceinte où se trouvent les bobines et nous obtenons le schéma suivant pour la disposition des trois parties essentielles du cryostat : le bain d'Hélium, les bobines supraconductrices et l'enceinte expérimentale.



Pour avoir un refroidissement efficace et rentable nous faisons circuler l'Hélium depuis le réservoir jusqu'à l'enceinte expérimentale à travers un filtre et des tubes capillaires. Le filtre placé dans le bain d'Hélium sera relié à un tube capillaire qui va jusqu'à la paroi du support des bobines qui ferme le réservoir; sur cette paroi il faut donc prévoir un passage pour le tube capillaire dans lequel circule l'Hélium depuis le réservoir jusqu'à l'enceinte expérimentale. D'autre part le cryostat devant travailler aussi bien sous irradiation qu'en dehors des irradiations, il faut prévoir deux circuits de circulation correspondant à des consommations différentes selon l'utilisation du cryostat; un circuit à faible débit utilisé en dehors des irradiations et un circuit à gros débit utilisé pendant l'irradiation. Nous devons aussi avoir la possibilité, par une utilisation souple, de fermer l'un ou l'autre des deux circuits. C'est ainsi qu'il faut munir notre cryostat d'un systéme qui nous permet de boucher le tube capillaire (relié au filtre) pour empécher l'Hélium qui arrive par le filtre d'aller jusqu'à l'enceinte expérimentale. Ce systéme sera constitué d'une tige coulissant dans un tube et actionnée de l'extérieur. Cette tige sera munie d'un pointeau qui viendra, en position fermée, boucher le tube capillaire. Ainsi le cryostat sera muni de deux "vannes froides" permettant d'utiliser l'un des deux circuits de refroidissement. De plus l'existence de ces vannes froides nous permet, le cas échéant, d'isoler complétement l'enceinte expérimentale du reservoir d'Hélium. Par ailleurs afin de pouvoir réguler la température de l'échantillon, le cryostat sera muni d'une résistance chauffante se trouvant dans l'enceinte expérimentale

et en amont de l'échantillon. Enfin, l'installation sera isolée du milieu ambiant par une enceinte de vide d'isolement thermique et une enceinte d'Azote liquide qui entoure le reservoir d'Hélium liquide et qui se limite à sa partie supérieure.
Le reste de l'installation (bas du reservoir, bobines supraconductrices et enceinte expérimentale) sera entouré , dans l'enceinte du vide d'isolement thermique, d'écrans thermaliseurs en cuivre en contact thermique avec l'enceinte d'N_2 liquide.
De plus afin d'éviter un échauffement de la paroi extérieure du cryostat quand celui-ci est sous irradiation, un écran protecteur en cuivre (5 mm) protége le côté vertical du cryostat le plus éxposé ainsi que la partie horizontale qui se trouve dans le champ des électrons accélérés. La figure n°1 donne un schéma complet du cryostat et des différents accessoires.

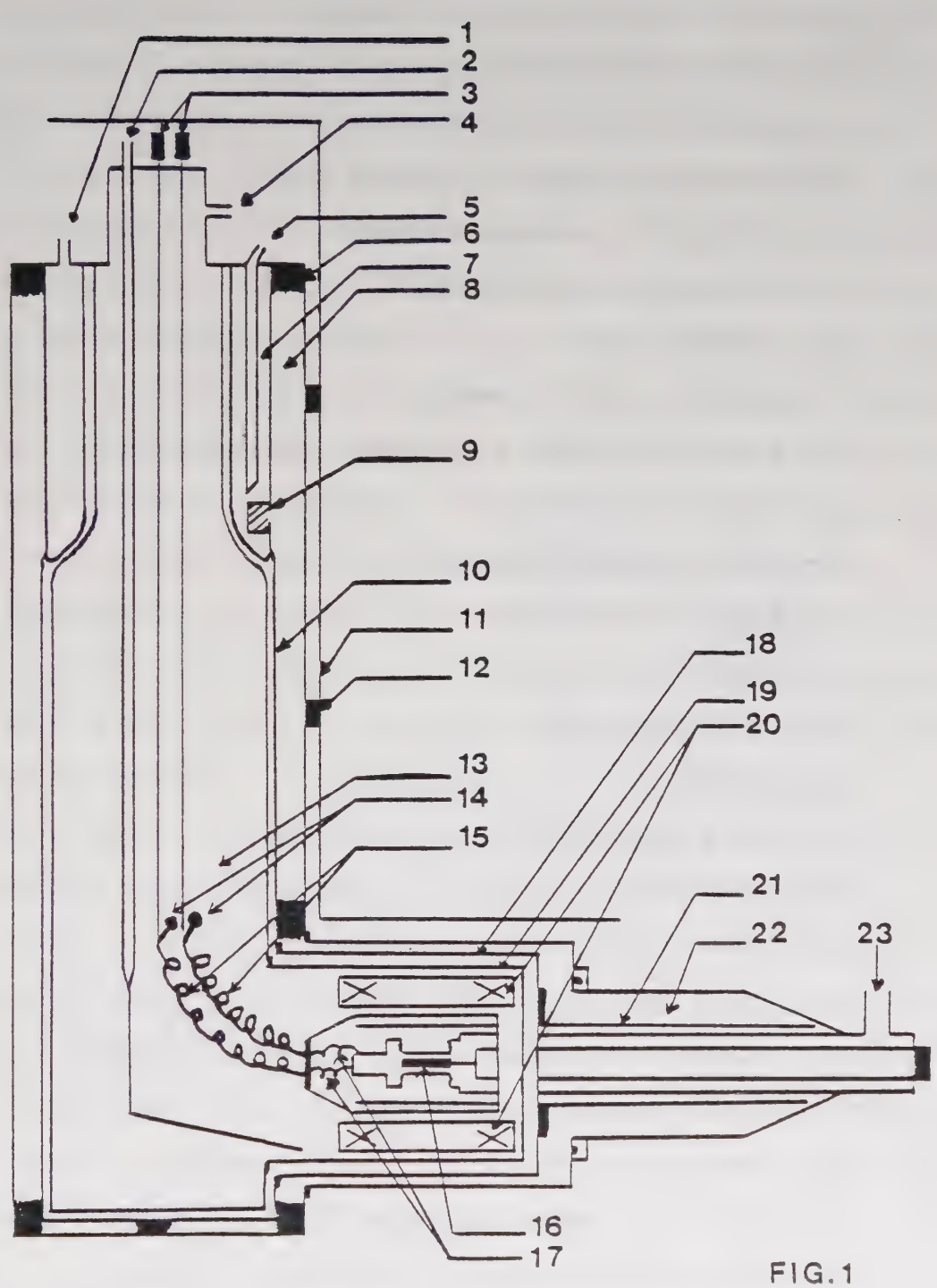


FIG. 1

NOMENCLATURE DE LA FIGURE N°1

1- Trop plein d'Azote

2- Transfert d'Hélium liquide

3- Commande des vannes froides

4- Pompage sur le bain d'Hélium

5- Transfert d'Azote liquide

6- Superisolation

7- Enceinte Azote liquide

8- Enceinte de vide d'isolement thermique

9- Pompe à charbon

10- Ecran thermaliseur en Cu

11- Ecran Cu extérieur

12- Baudriers

13- Enceinte Hélium

14- Filtres

15- Tubes capillaires

16- Echantillon

17- Tubes capillaires

18- Ecran Cu

19- Support des bobines

20- Bobines supraconductrices

21- Ecran Cu

22- Vide d'isolement autour de l'enceinte expérimentale

23- Aspiration d'Hélium

3- LE DEWAR-BAIN D'HELIUM

Le Dewar-bain d'Hélium 4 liquide est constitué successivement et depuis le milieu ambiant d'une enceinte de vide d'isolement thermique, d'une garde d'azote liquide et du reservoir d'Hélium liquide (enceinte Hélium). Dans l'enceinte du vide d'isolement thermique et entourant complétement le reservoir d'Hélium liquide, se trouve un écran thermaliseur en Cuivre (en contact thermique avec la garde d'Azote liquide). L'espace libre, entre l'écran thermaliseur et la paroi limitant l'enceinte du vide d'isolement thermique, est rempli d'une superisolation constituée d'une succession de feuilles d'Aluminium et de feuilles de Dexter (tissu de verre). Cette superisolation est destinée à réduire la consommation en Azote liquide et avoir ainsi une plus grande autonomie de froid. Plusieurs accessoires descendent depuis la tête du Dewar jusqu'au fond du reservoir : commande des vannes froides, le tube de transfert d'Hélium liquide qui se termine par une pissette recourbée vers l'enceinte des bobines, une canne-jauge de niveau d'Hélium et les fils électriques pour l'alimentation des bobines. L'ensemble de ces accessoires est entouré de polystyréne afin de réduire le volume inutilisable et obliger l'Hélium à lécher ces accessoires (dont la plupart sont métalliques) et obtenir ainsi un refroidissement rapide de l'ensemble et une température homogéne le long du col du Dewar.

Pour la fixation du support des bobines supracoductrices sur le reservoir d'Hélium nous devons réaliser l'intersection de deux cylindres dans deux directions perpendiculaires; le reservoir d'Hélium est vertical et le support des

bobines est horizontal. Ainsi le reservoir d'Hélium comporte dans sa partie inférieure verticale une ouverture. Nous soudons une collerette sur cette ouverture pour se ramener dans un plan et nous soudons sur cette collerette une bride circulaire destinée à fixer le support des bobines (fig. 2). Donc l'écran thermaliseur en Cuivre et la paroi limitant l'enceinte de vide d'isolement thermique s'arrêtent autour de cette ouverture. Le même principe (collerette et bride) est réalisé sur la paroi extérieure du cryostat (limite de l'enceinte de vide d'isolement thermique). Quant à l'écran thermaliseur, il ne comporte pas de bride puisqu'à ce niveau nous devons seulement réaliser un contact thermique (avec un autre écran) et non pas un passage étanche.

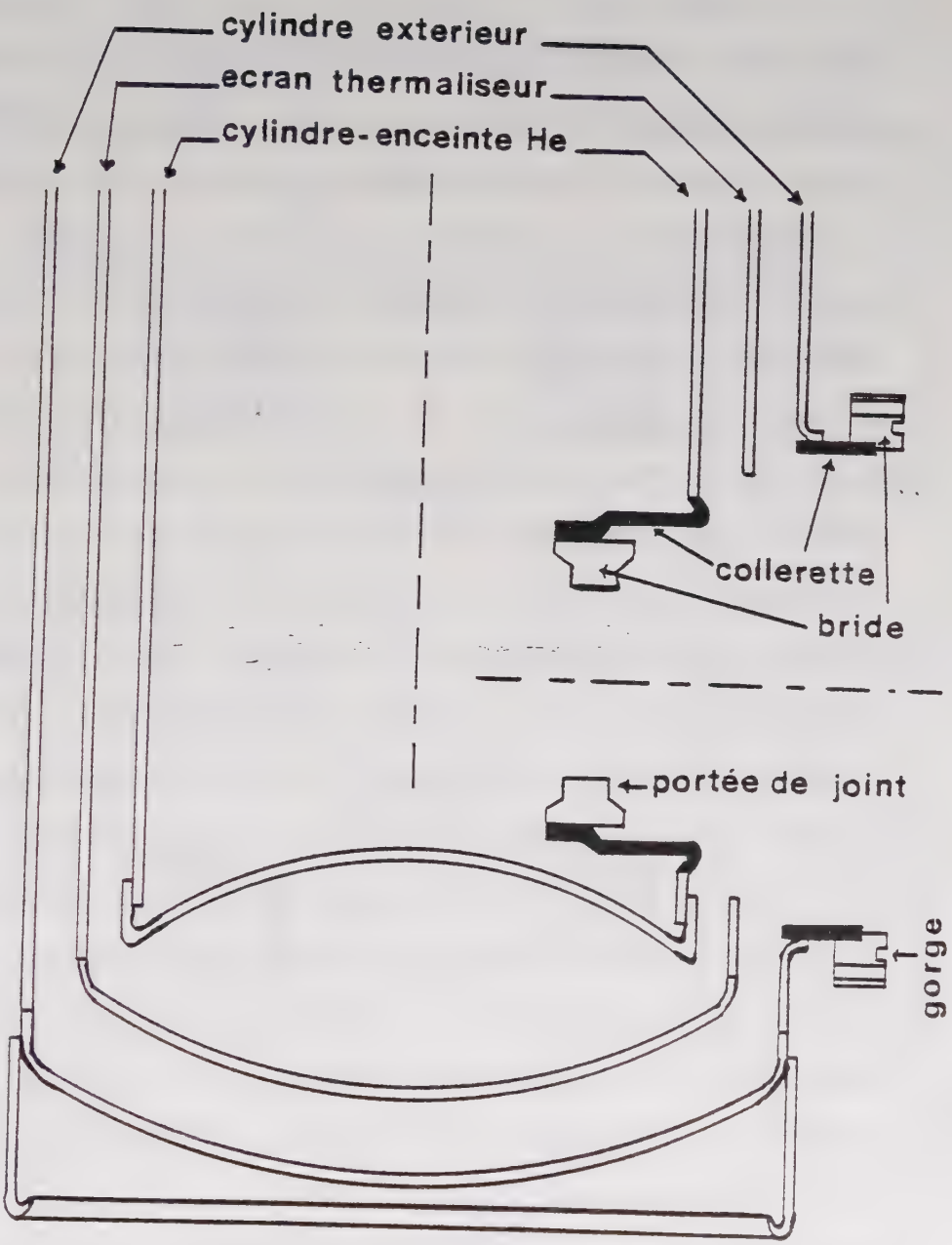

cylindre exterieur
ecran thermaliseur
cylindre-enceinte He
collerette
bride
portée de joint
gorge

FIG. 2

4- LES BOBINES SUPRACONDUCTRICES ET LEUR SUPPORT

4-1- LE SUPPORT DES BOBINES

Comme nous l'avons indiqué plus haut l'enceinte où logent les bobines supraconductrices prolonge le Dewar-bain d'Hélium afin que celles-ci baignent dans le liquide. La figure 3 donne un schéma complet du support des bobines. La contre-bride (1), munie de 24 trous (Ø 3,3 mm), sert pour la fixation de ce support sur la bride du reservoir d'Hélium; l'étanchéité entre la contre-bride et la bride est assurée par un joint en polymide (épaisseur 1/10 mm) placé sur la "portée de joint" (2). La contre-bride (3) comporte les passages des tubes capillaires reliant le reservoir de liquide à l'enceinte expérimentale (ces passages ne sont pas représentés sur la figure). Sur le tube (11) limitant l'enceinte où se trouvent les bobines (et l'Hélium liquide) est soudée une bride (4). La fixation étanche de la bride (4) et la contre-bride (3) (avec des vis) permet ainsi de délimiter le bain d'Hélium, puisque sur l'axe A (axe contenu dans le plan de symétrie des bobines) le support est creux pour permettre le passage de l'enceinte expérimentale. Les ouvertures sur l'axe B (axe du champ magnétique) permettent le passage des eléctrons. Les ouvertures sur l'axe C (axe perpendiculaire au plan de la figure) ont été prévues sur le support pour permettre la réalisation d'expériences optiques sur les échantillons. Le support des bobines est entouré d'un écran thermaliseur en Cuivre (8) qui se visse sur l'écran entourant le reservoir; cet écran comporte les mêmes ouvertures que le support des bobines. Enfin un

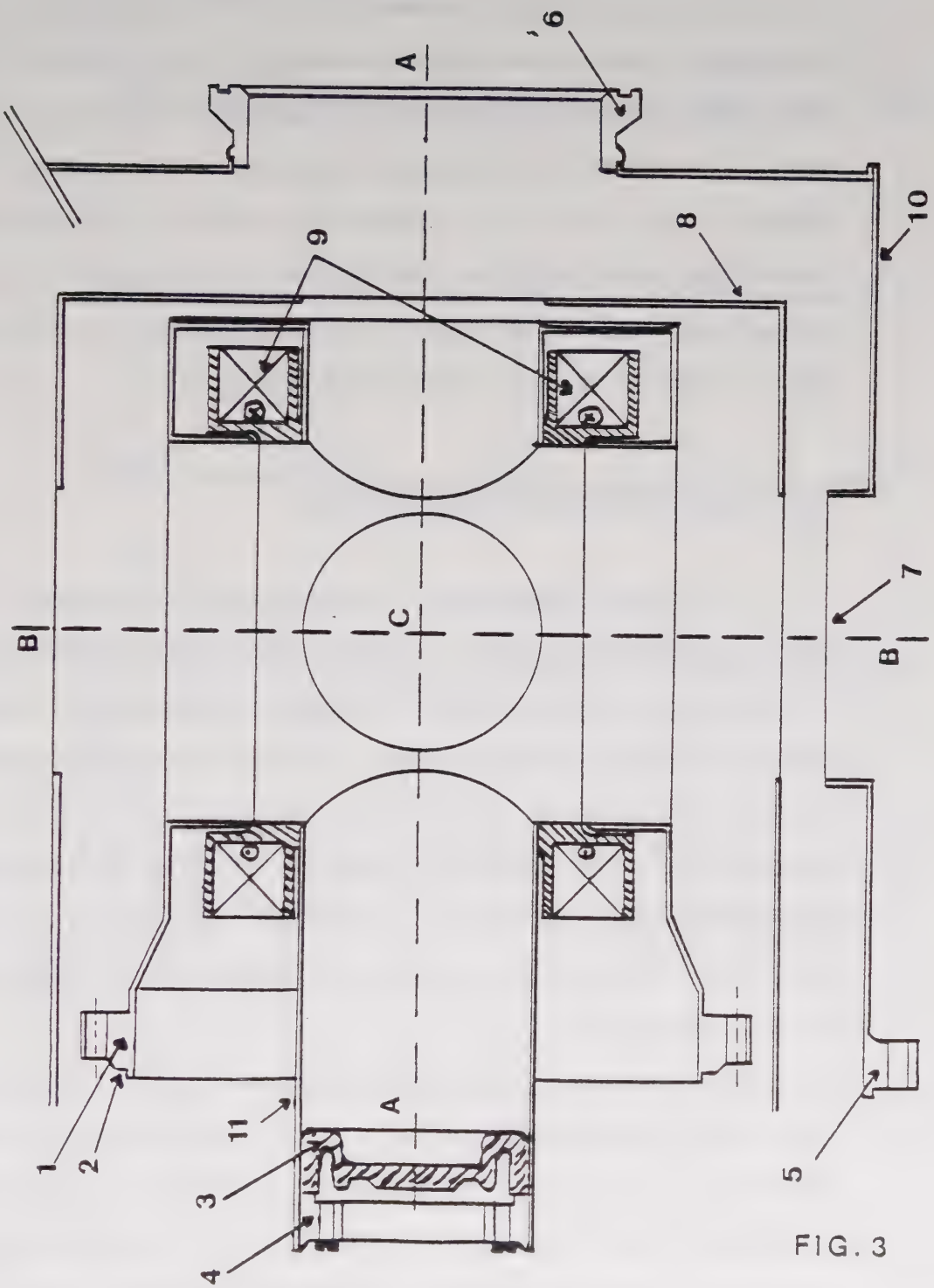


FIG. 3

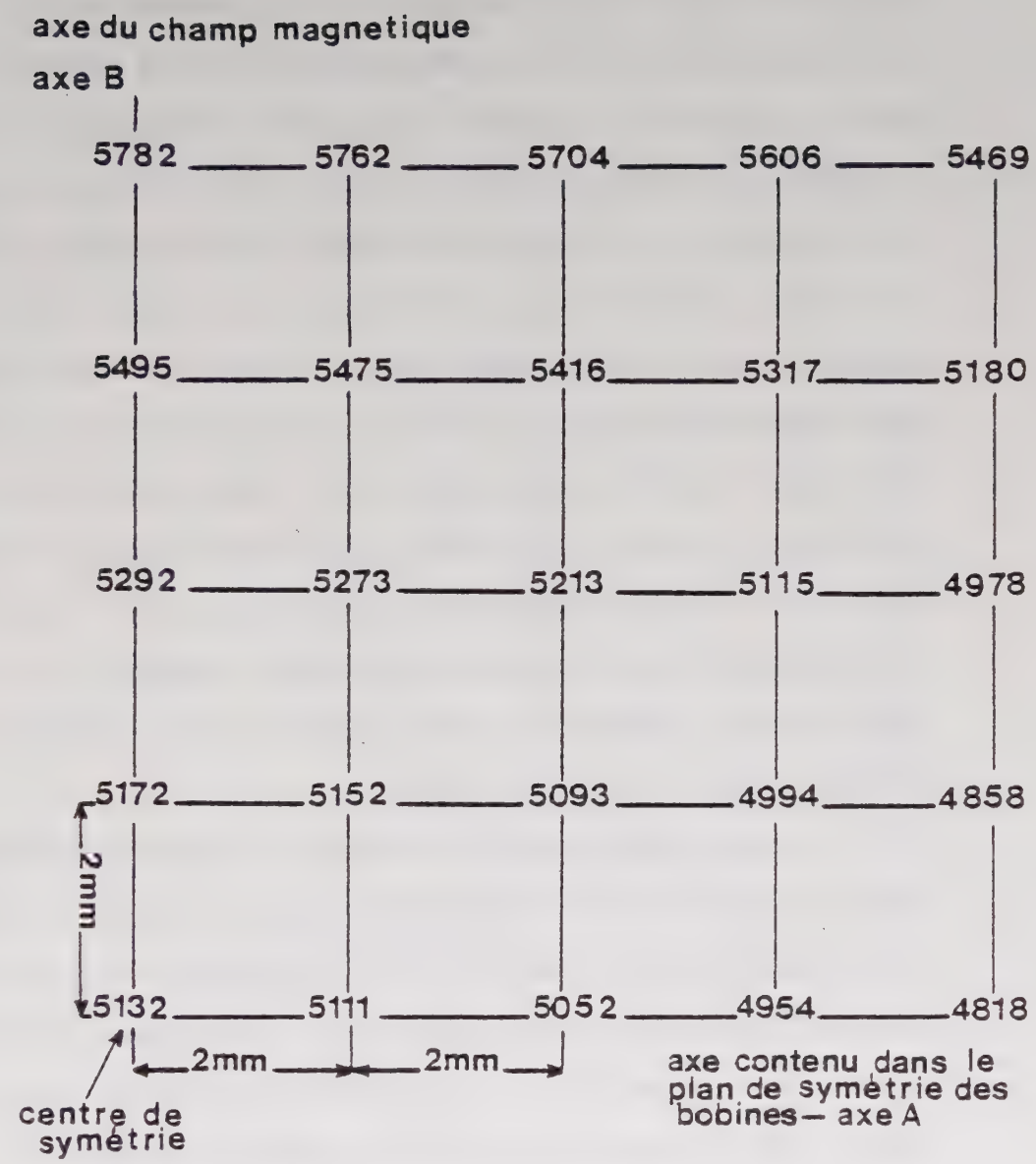
couvercle (10) en acier inoxydable entoure l'écran (8); ce couvercle se fixe, par l'intermédiaire de la contre-bride (5), sur la bride du cylindre extérieur entourant le reservoir d'Hélium. Ce couvercle prolonge ainsi l'enceinte du vide d'isolement thermique autour du support des bobines. Sur le trajet des eléctrons (axe B) le couvercle est muni de deux fenêtres (7) recouvertes de minces feuilles d'Aluminium (fixation étanche). La bride (6) du couvercle permet la fixation de l'enceinte expérimentale. Sur l'axe C le couvercle est muni d'ouvertures qui permettent la mise en place de fenétres pour la réalisation d'expériences optiques.

4-2- LES BOBINES SUPRACONDUCTRICES

Le champ magnétique utilisé pour les mesures d'Effet Hall est produit par deux bobines d'Helmostz supraconductrices. Le filament supraconducteur (9-Fig.3), constituant l'enroulement des bobines, est en NbTi. L'alliage Niobium-Titane est l'un des alliages le plus utilisé parcequ'il a l'avantage d'avoir une bonne tenue mécanique et sa mise en forme est relativement aisée (Burger). La figure 4 donne la carte du champ magnétique obtenu quand les bobines sont parcourues par un courant de 35 A.

Le courant éléctrique, injecté dans les bobines, arrive par l'intermédiaire de deux fils en Cuivre (⌀ 2 mm) descendant depuis la tête du Dewar. Afin de réduire les pertes thermiques dues à ces fils, ceux-ci sont enroulés en solénoïde dés qu'ils sont dans l'Hélium liquide et jusqu'aux connexions avec le filament supraconducteur.

Afin d'obtenir une bonne stabilité du champ magnétique



CARTE DU CHAMP MAGNETIQUE

(en Gauss / I = 35 A)

FIG. 4

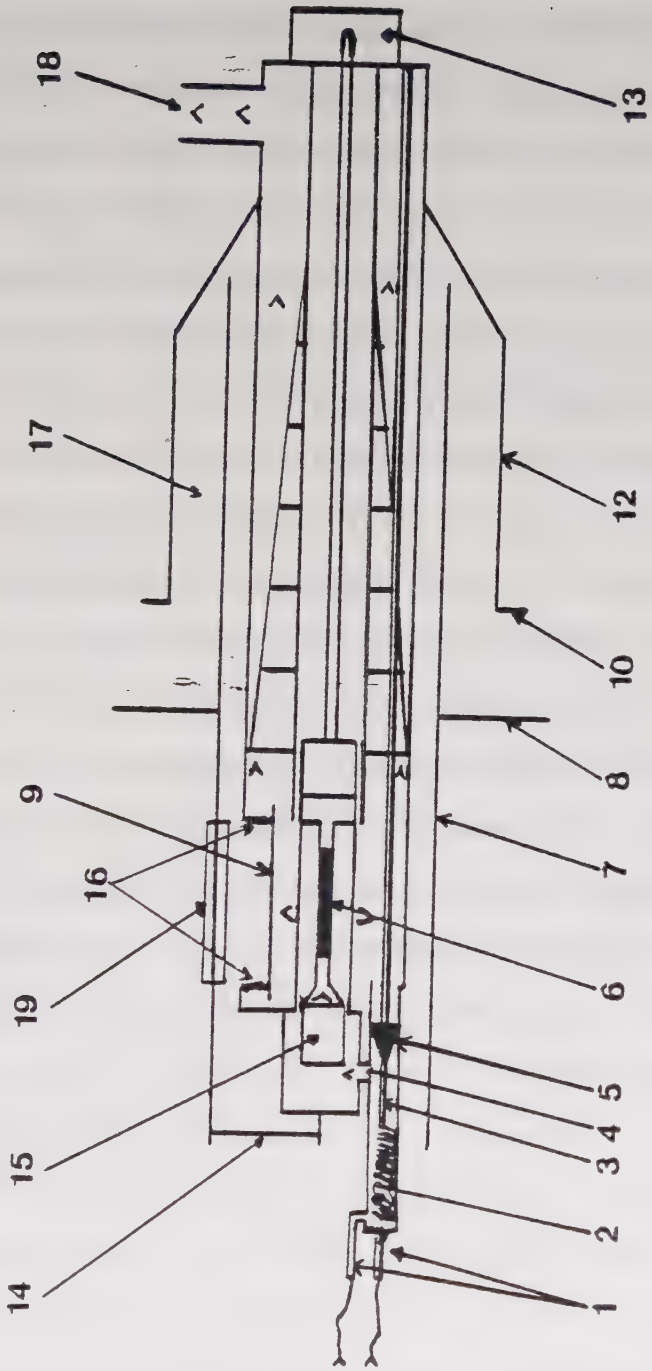
pendant les mesures on referme le courant (circulant dans les bobines) sur lui-même par l'intermédiaire d'un fil supraconducteur (interrupteur) mis en paralléle sur le filament des bobines. Cet interrupteur doit être ouvert (résistif) au moment de la charge en courant des bobines (Burger), il doit être également ouvert si on désire couper le champ. A cet effet, le fil supraconducteur (interrupteur) est couplé à un shunt dont le role est d'ouvrir et fermer l'interrupteur. Quand le shunt est parcouru par un courant on chauffe le filament supraconducteur (qui devient résistif) et le courant ne passe plus que dans les bobines. Le shunt, dont la résistance éléctrique est de 100 Ω à 300 K, est parcouru par un courant de 50 mA; ce qui correspond à une puissance de 0,25 W qui est suffisante pour rendre le filament résistif. Le courant-shunt arrive, depuis la tête du Dewar, par l'intermédiaire de deux fils de manganin isolés.

Ainsi nous avons pu obtenir un champ magnétique stable. Pendant les mesures d'Effet Hall nous utilisons +H et -H et les écarts observés dans ce cas ne dépassent pas 0,5%. La reproductibilité du champ est bonne et l'erreur relative commise sur la valeur du champ est inférieure à 1%. Enfin pour un même courant-bobines nous avons observés (en changeant d'échantillon) des écarts dans la valeur de H entre 3 et 6%. Ceci est essentiellement dû à la non-homogeneité relative du champ (par exemple sur la carte du champ nous observons sur l'axe A un écart de 6,3% sur la valeur de H entre le centre de symétrie et le point situé à 8 mm). La position de l'échantillon est précise par rapport à l'axe B (par construction de l'appareil le porte-échantillon est à égale distance des deux bobines) mais la position sur l'axe A

peut varier autour du centre de symétrie d'où les écarts observés (la longueur moyenne des échantillons utilisés est de 10 mm).

5- L'ENCEINTE EXPERIMENTALE

L'enceinte expérimentale est constituée d'un tube en acier inoxydable passant entre les bobines supraconductrices de façon à pouvoir placer l'échantillon au centre de symétrie de celles-ci. Cette enceinte se compose de deux compartiments essentiels : le compartiment échantillon et le compartiment thermostat. La canne porte-échantillon coulisse à l'intérieur du tube constituant l'enceinte expérimentale dont la figure 5 donne un schéma complet. L'Hélium circulant dans les tubes capillaires arrive par les tubes (1) et débouche dans le compartiment thermostat où se trouve la résistance chauffante (2); celle-ci épouse la forme de l'enceinte qui lui est réservée de façon à ce que tout l'Hélium passant dans cette région échange la chaleur avec la résistance dans le cas d'une régulation de température. Cette résistance chauffante est maintenue en place par une tige de fibre de verre (3) munie d'un bouchon (5) afin que tout l'Hélium traversant le compartiment thermostat passe par l'orifice (4) et ne remonte pas dans le tube. La prise de gaz vers le compartiment échantillon se fait par le tube (15) et ainsi tout l'Hélium arrive sur l'échantillon (6) et remonte dans le tube où il est aspiré par l'ouverture (18). La canne se démonte facilement (13) afin de procéder au changement des échantillons. Afin d'obtenir un bon échange thermique entre l'échantillon et l'Hélium qui circule dans l'enceinte expérimentale, le compartiment échantillon est réduit à son volume minimum utile pour l'échantillon et son support. En effet la partie située au dessus et en dessous de l'échantillon est constituée de minces feuilles d'acier inoxydable (9) repoussées vers le



L'ENCEINTE EXPERIMENTALE

FIG. 5

compartiment échantillon par les ressorts (16). Ces feuilles d'acier ont une trés faible épaisseur (5/100 mm) et constituent une fenétre à travers laquelle passent les eléctrons. L'enceinte expérimentale est entourée d'un écran thermaliseur en Cuivre (7) qui passe lui aussi entre les bobines. Afin d'éviter un contact thermique entre cet écran et la paroi extérieure de l'enceinte expérimentale, celui-ci se fixe sur l'écran entourant le support des bobines par l'intermédiaire du débordement (8) et à l'enceinte expérimentale par 3 fils de Kevlar (14) à 120°. Cet écran comporte au dessus du compartiment échantillon, une ouverture pour le passage des eléctrons (19). Enfin pour créer une zone de vide d'isolement thermique (17) autour de l'enceinte expérimentale, un deuxiéme tube (12) est soudé sur le premier qui constitue l'enceinte expérimentale. La contre-bride (10) se fixe sur la bride (6-Fig. 3) du couvercle entourant le support des bobines. Cette fixation assure également la rigidité de l'enceinte expérimentale. Ainsi nous obtenons une seule zone de vide d'isolement thermique autour du reservoir d'Hélium, des bobines supraconductrices et de l'enceinte expérimentale et un seul pompage est nécessaire pour la mise en route du cryostat.

6- LE CIRCUIT HELIUM ET LES VANNES FROIDES

6-1- COMMANDE DES VANNES FROIDES

L'Hélium circule depuis le reservoir jusqu'à l'enceinte expérimentale dans des tubes capillaires. Comme nous l'avons indiqué plus haut nous avons choisi de réaliser deux circuits de refroidissement selon l'utilisation du cryostat; un gros débit sous irradiation et un faible débit en dehors des irradiations. Pour ce faire, nous avons deux paires de tubes capillaires : une paire qui plonge dans le bain d'Hélium reliant les filtres aux passages sur la contre-bride (3-Fig.3) du support des bobines, et une deuxiéme paire allant de cette contre-bride jusqu'aux tubes (1-Fig.5) qui débouchent dans le compartiment thermostat. La figure 6 montre le schéma des vannes froides et de leur commande. Le tube capillaire (13), en acier inoxydable (Ø 2×3), dans lequel va circuler l'Hélium est soudé sur le corps de vanne (11). Le corps de vanne se fixe à la bride (9) par l'intermédiaire de 4 vis (14); l'étanchéité entre les deux piéces (bride et corps de vanne) est assurée par un joint de polymide. La bride est vissée sur un tube (7) en acier inoxydable qui supporte l'ensemble du dispositif et remonte jusqu'à la tête du reservoir (5). A l'intérieur de ce tube coulisse une tige (8) en fibre de verre munie dans sa partie inférieure d'un pointeau (12) en matiére plastique (SP 31) qui vient boucher le corps de vanne (en position fermée) et empéche le passage de l'Hélium dans le tube capillaire. En position ouverte, l'Hélium arrive sur la bride par le tube (10) relié au filtre et débouche dans le tube capillaire. Le filtre est constitué d'un tube (15) en

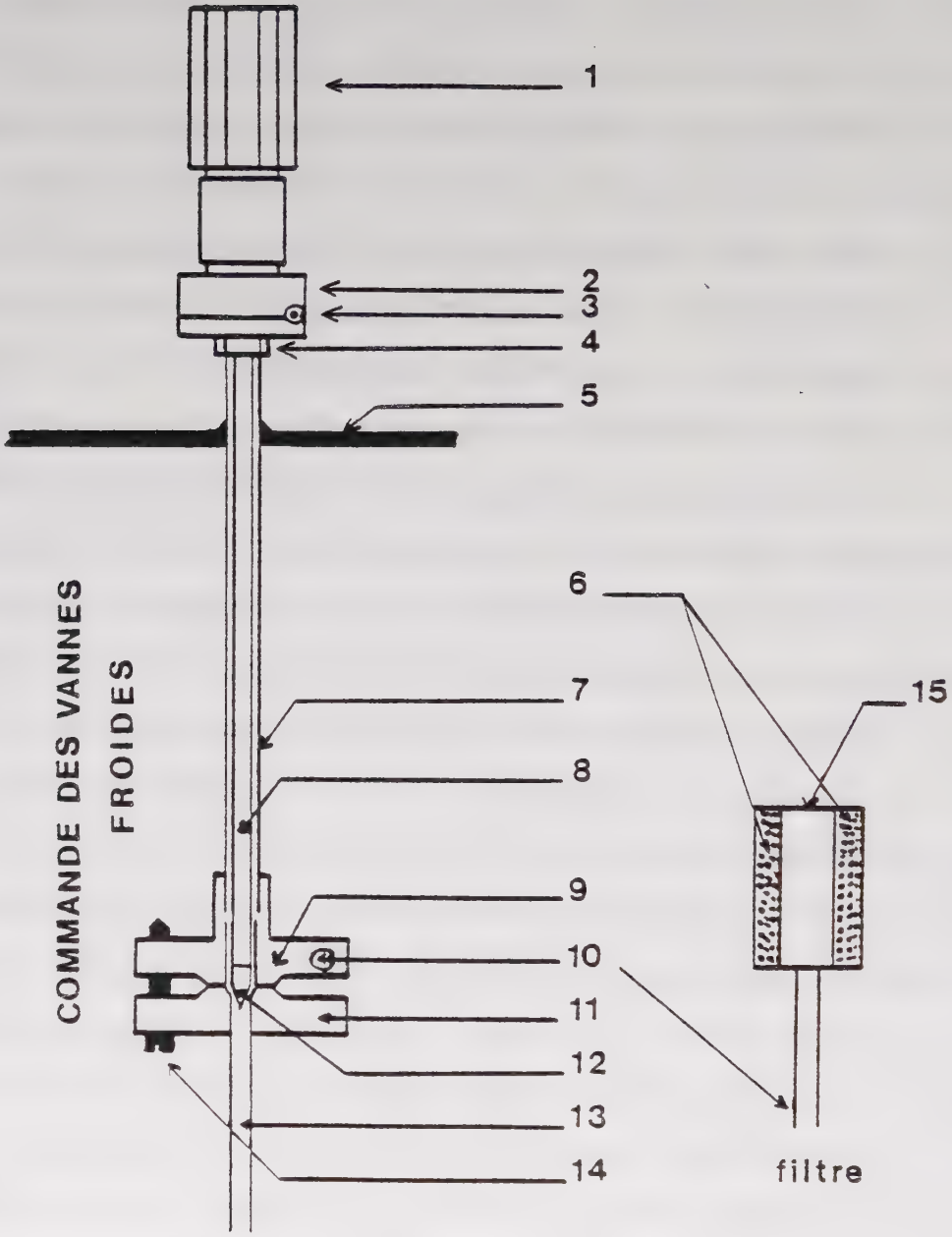

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
COMMANDE DES VANNES FROIDES
filtre

FIG. 6

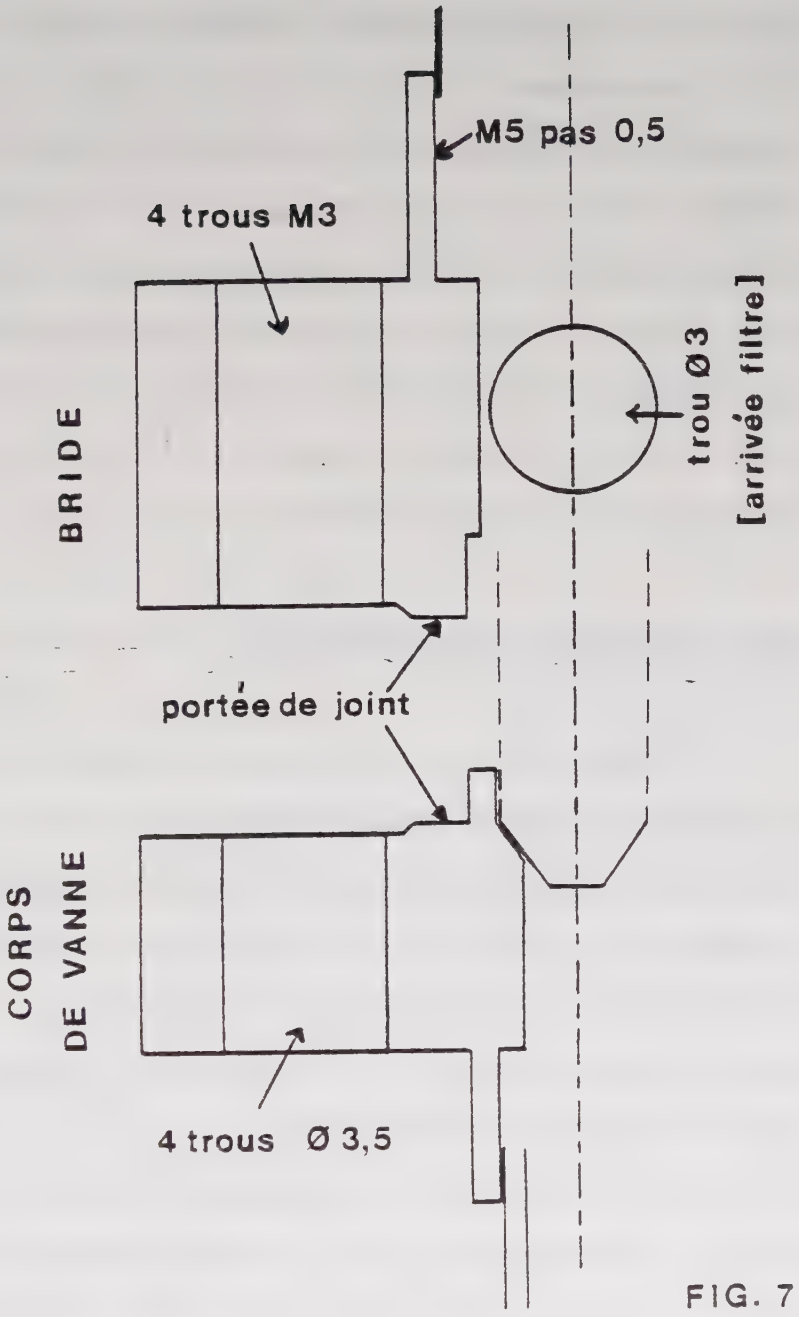

M5 pas 0,5
4 trous M3
BRIDE
trou Ø3
[arrivée filtre]
portée de joint
CORPS
DE VANNE
4 trous Ø 3,5

FIG. 7

acier inoxydable fermé par des pastilles en acier fritté (6) à travers lesquelles passe l'Hélium. Le mouvement d'ouverture et de fermeture de la vanne froide, constituée comme indiqué ci-dessus, est obtenu en actionnant une petite vanne T.I.C. (1) sur laquelle est vissée la tige de fibre de verre. Ainsi le mouvement de rotation de la vanne se transforme en mouvement de montée et de descente de la tige. La vanne est rendue solidaire du tube en acier par l'intermédiaire d'un écrou Edwards (2) et d'un raccord (4) type Edwards. L'étanchéité entre l'écrou et le raccord est assurée par un joint (3) torique en perbunan. La figure 7 donne un dessin complet de la bride, du corps de vanne et de la position du pointeau par rapport au corps de vanne.

6-2- DEBIT DES TUBES CAPILLAIRES

Pour refroidir rapidement l'échantillon sous irradiation nous devons évacuer une puissance de 0,5 W. Dans ces conditions nous utilisons les deux circuits de refroidissement : le gros débit et le faible débit. Cette différence de débits est obtenue grace à la deuxiéme paire de tubes capillaires allant de la contre-bride du support des bobines jusqu'à l'enceinte expérimentale.

Si Q est le débit volumique (en l/s) d'Hélium gaz à 4,2 K, il lui correspond un débit massique (en g/s) D tel que $D = Q \times 4/22,4$ (4g étant la masse molaire de l'Hélium et 22,4 l étant le volume molaire à 4,2 K).

Si E est la chaleur latente de vaporisation (en j/g) de l'Hélium à 4,2 K, au débit D correspond une puissance évacuée P (en Watts) telle que $P = D \times E$

d'où $P\ (W) = Q(l/s) \times 4 \times E / 22,4$

or $E = 20\ j/g$ à $4,2\ K$ (W.K.Keesom)

et par suite $P\ (W) = Q(l/s) \times (4 \times 20 / 22,4)$

soit $P\ (W) = Q(l/s) \times 3,57$

Ainsi si on désire évacuer 0,5 Watt, il nous faut un débit Q égal à

$$Q\ (l/s) = 0,5 / 3,57 = 0,14\ l/s$$

Pour le tube capillaire faible débit, nous prenons un débit Q_1 équivalent à 1/10 Watt, soit $Q_1 = 0,1 / 3,57 = 0,028$ l/s. ce qui nous donne par différence, le débit du tube capillaire gros débit $Q_2 = Q - Q_1 = 0,14 - 0,028 = 0,112$ l/s.

Donc nous devons réaliser deux tubes capillaires gros débit et faible débit ayant respectivement les valeurs 0,112 l/s et 0,028 l/s.

Pour réaliser ces tubes nous prenons un tube en acier inoxydable de diamétre intérieur 0,2 mm et de diamétre extérieur 0,7 mm. Afin d'obtenir un écoulement turbulent à l'intérieur de ces tubes nous changeons la forme parfaitement cylindrique de ceux-ci en les aplatissant. Nous ramenons le diamétre extérieur du tube à 0,6 mm pour le tube gros débit dont la longueur sera de 55 mm. Quant au tube faible débit, son diamétre extérieur sera ramené à 0,55 mm et sa longueur sera de 150 mm.

La figure 8 donne les courbes de débits expérimentaux obtenus avec les tubes capillaires contruits comme indiqué ci-dessus.

D'aprés ces résultats expérimentaux nous obtenons les débits $Q_1 = 0,04$ l/s et $Q_2 = 0,1$ l/s ce qui correspond à des puissances évacuées $P_1 = 0,14$ W et $P_2 = 0,36$ W soit une puissance totale $P = 0,5$ Watt.

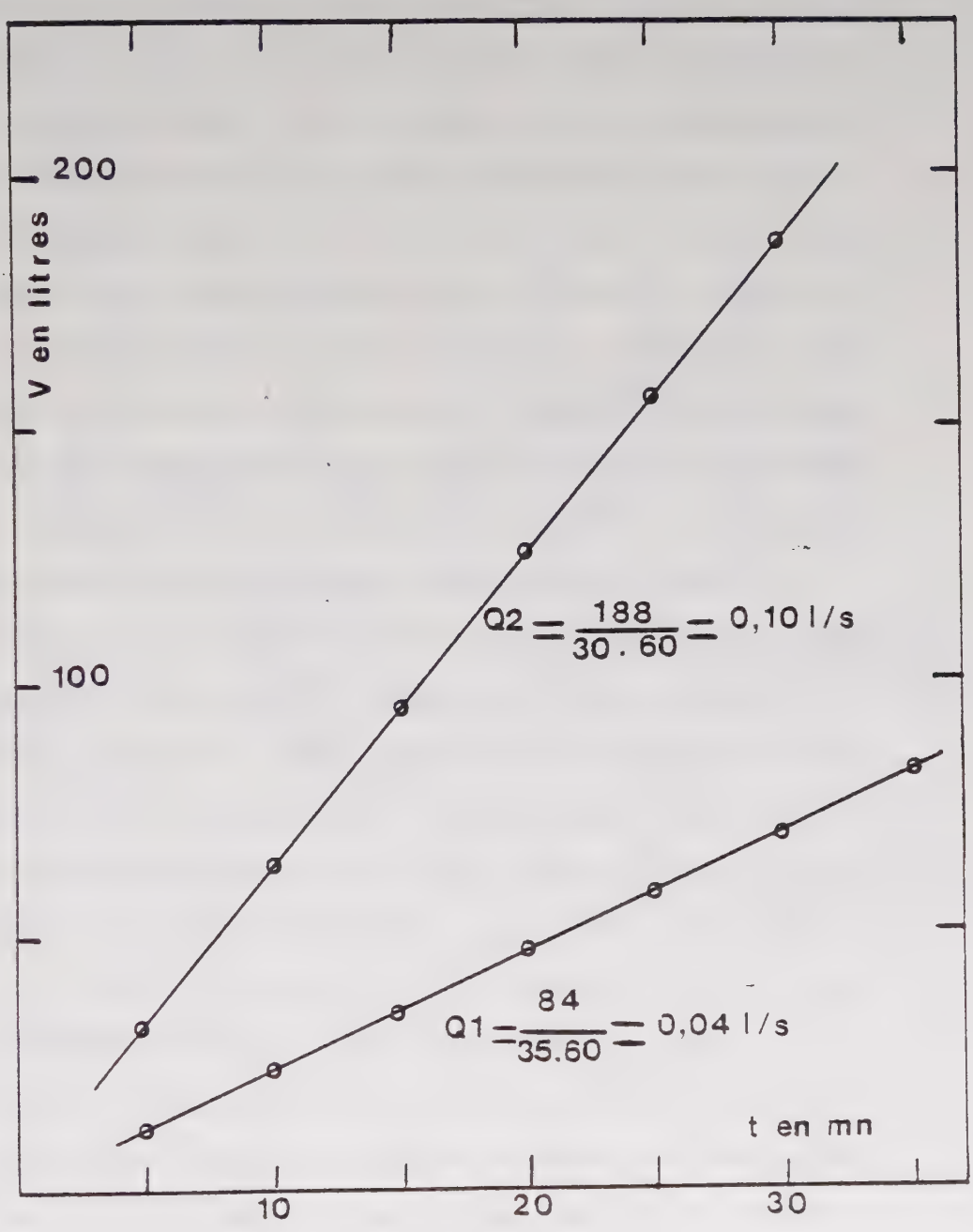

200
100
V en litres
Q2 = 188 / 30 . 60 = 0,10 l/s
Q1 = 84 / 35.60 = 0,04 l/s
t en mn
10
20
30

FIG. 8

7- ETANCHEITE DE LA PARTIE FROIDE DE L'INSTALLATION

Réaliser une jonction, entre deux piéces métalliques, qui soit étanche à froid présente des difficultés et nécessite de prendre des précautions. En effet il est nécessaire d'interposer entre les deux piéces un joint; la qualité et le choix de ce joint jouent un rôle important dans l'obtention d'une bonne étanchéité à froid. D'autre part si la jonction est étanche à chaud (300 K) il n'est pas certain que celle-ci le restera à froid et il est nécessaire d'effectuer des tests pour s'assurer de la bonne qualité de l'étanchéité à froid. Enfin des précautions particuliéres doivent être prises pendant la fabrication des piéces concernant surtout la planéité des portées de joints et le parallélisme de ceux-ci.

Ainsi l'assemblage des différentes piéces constituant la partie froide de notre installation doit être réalisé de façon à obtenir un ensemble étanche à la température de l'Hélium liquide. Nous avons choisi d'utiliser des joints en polymide (épaisseur 0,1 mm) pour réaliser l'étanchéité des différentes jonctions. Ainsi nous devons réaliser l'étanchéité de 10 joints travaillant à la température de l'Hélium liquide. (fig. 9).

Pour le circuit Hélium, depuis le reservoir jusqu'à l'enceinte expérimentale, il y a 8 joints froids à réaliser. Les joints 1 à 4, dans le bain d'Hélium, concernent les tubes capillaires reliant les vannes froides à la contre-bride (A) du support des bobines. Une mauvaise étanchéité de l'un de ces quatre joints impliquerait le passage de l'Hélium à travers les fuites en plus du passage par les filtres (prévus à cet effet), ce qui entrainerait une grande consommation

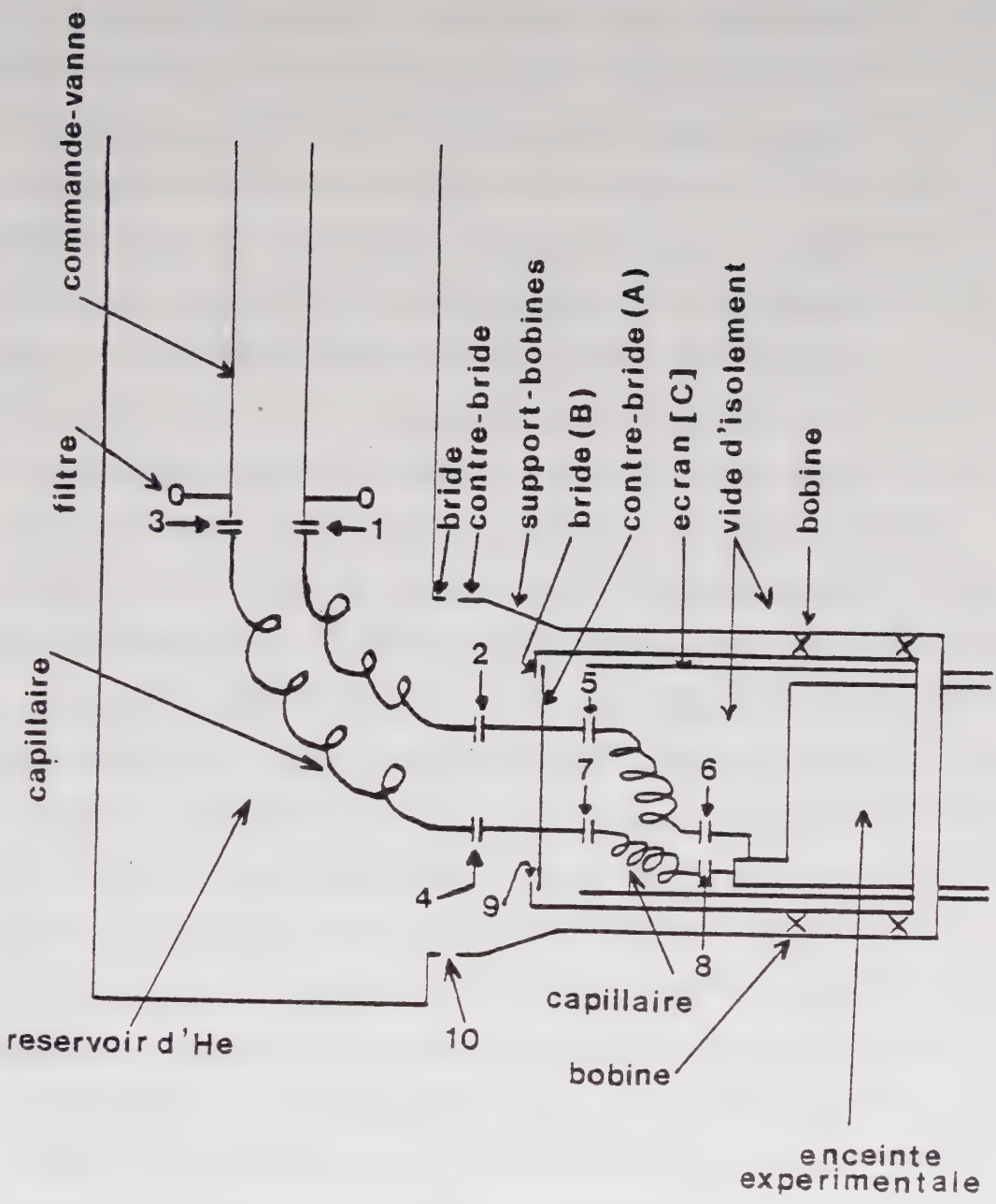

commande-vanne
filtre
capillaire
reservoir d'He
bride
contre-bride
support-bobines
bride (B)
contre-bride (A)
ecran [C]
vide d'isolement
bobine
capillaire
bobine
enceinte
experimentale
0
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10

FIG. 9

d'Hélium et l'impossibilité d'isoler, le cas échéant, l'enceinte expérimentale du reservoir d'Hélium. Les joints 5 à 8 concernent la deuxiéme paire de tubes capillaires reliant la contre-bride (A) à l'enceinte expérimentale; une fuite de l'un de ces quatre joints impliquerait le passage de l'Hélium vers l'enceinte du vide d'isolement thermique ce qui rendrait la mise en route de l'installation impossible.

l'étanchéité du circuit Hélium est testée en trois étapes. Dans la premiére étape nous testons l'étanchéité des joints 5 à 8 (les sorties 2 et 4 fermées sur des bouchons-tests) En effet ces joints doivent être téstés avant la mise en place de l'enceinte expérimentale et de l'écran thermaliseur et ceci pour avoir accés aux joints et situer correctement les fuites éventuelles. L'écran ne pourra pas se mettre en place si la contre-bride (A) est fixée à la bride (B) et les jonctions 2 et 4 ne peuvent se faire que si l'enceinte expérimentale est en place (entre les bobines). Dans la deuxiéme étape nous testons l'ensemble des joints 1 à 8. Dans cette étape l'enceinte expérimentale est en place et la jonction A-B est réalisée. Pour pouvoir tester les joints 1 et 3, on fait les jonctions 2 et 4 en gardant l'ensemble filtres-capillaires-commande des vannes à l'extérieur du reservoir d'Hélium (puisque la partie à tester est au-dessus de l'ouverture 10). Enfin pour introduire l'ensemble des accessoires dans le reservoir d'Hélium nous démontons les capillaires en 2 et 4 et dans la troisiéme étape nous testons ces joints aprés les avoir remontés. Cette troisiéme étape est reprise à chaque fois que nous avons un probléme concernant l'un des deux joints 9 ou 10. En effet il est nécessaire de démonter les capillaires en 2 et 4 si on désire changer le joint 9 ou 10 ou à chaque

fois qu'on est obligé de séparer les deux parties reservoir et ensemble bobine-enceinte expérimentale (pour d'autres tests).

Pour réaliser les tests concernant les joints ci-dessus nous nous sommes servis d'un détecteur de fuites (M.S. 18 de Veeco). Celui-ci est relié à l'enceinte expérimentale sur laquelle un pompage est efféctué. Le vide ainsi obtenu, quand les jonctions sont correctes, est de 10^{-6} Torr. Un balayage à l'Hélium gaz est efféctué sur les différentes jonctions et soudures et nous permet de localiser les fuites. Quand l'étanchéité est correcte (fuites inférieures à 10^{-9} cm^3atm/s) à 300 K nous reprenons les tests en arrosant les différentes piéces avec de l'Azote liquide et en balayant simultanément à l'Hélium gaz. Sur tout le circuit Hélium (joints de 1 à 8) nous n'avons pas observés des fuites (avant de mettre en route l'installation) supérieures à $10^{-9}cm^3atm/s$.

Deux autres joints froids étanches sont à réaliser et concernent le support des bobines supraconductrices. Le joint 9 assure l'étanchéité entre la bride (B) et la contre-bride (A) assurant le passage des tubes capillaires, et le joint 10 assure l'étanchéité entre la contre-bride du support des bobines et la bride sur le corps du reservoir d'Hélium. Une mauvaise étanchéité de l'un de ces deux joints entrainerait le passage de l'Hélium liquide dans l'enceinte du vide d'isolement thermique ce qui empécherait la mise en route de l'installation.

Pour tester l'étanchéité de ces deux joints il est nécessaire de brancher le detecteur de fuites sur le reservoir d'Hélium et de balayer à l'Hélium gaz autour des joints. Cette méthode permettrait de localiser avec précision les

fuites éventuelles, mais au niveau de la tête du Dewar, n'ayant pas à réaliser une parfaite étanchéité, le vide qu'on peut réaliser de ce côté ne nous permet pas d'utiliser le detecteur de fuites. Aussi nous avons dû procéder autrement, en remplissant le dewar avec de l'Hélium gaz en surpression et en faisant les tests sur les joints à l'aide d'un renifleur (fuite calibrée). Cette méthode permet de localiser les fuites grossiéres. Enfin pour augmenter la sensibilité de nos tests, relatifs à ces deux joints nous appliquons une deuxiéme méthode qui nous permet de tester la qualité des joints sans pouvoir localiser les fuites éventuelles. Dans ce cas le detecteur de fuites est branché sur l'enceinte du vide d'isolement thermique (donc aprés avoir remonté les accessoires autour des bobines et de l'enceinte expérimentale) et la surpression d'Hélium gaz est envoyée dans le reservoir. Dans ce cas nous avons pu obtenir un vide de 10^{-6} Torr et quand l'ensemble a étè remonté et les fuites éliminées celles-ci étaient inférieures à $10^{-9} cm^3 atm/s$.

Quand l'ensemble du cryostat a étè remonté et avant de conduire les expériences d'irradiation nous avons procédé à des tests d'étanchéité quand le reservoir était rempli d'Hélium liquide. Ainsi nous avons pu obtenir une bonne étanchéité du cryostat à froid et nous n'avons pas observé des fuites supérieures à $10^{-9} cm^3 atm/s$.

Ayant ainsi à réaliser plusieurs joints froids étanches nous avons choisi d'utiliser du polymide. Si nous avions choisi de réaliser ces joints en Indium il aurait fallu prévoir une gorge spéciale sur les différentes piéces pour loger l'Indium. De plus dans le cas où un joint doit être changé il est nécessaire de bien nettoyer les piéces

(sans les user) des traces du joint précédent. Enfin le fluage de l'Indium peut dans certains cas détériorer la qualité du joint et nous oblige à les changer aprés un certain nombre de cycles de réchauuffement et de refroidissement. L'avantage d'utiliser des joints en polymide réside dans le fait que ceux-ci ne se détériorent pas avec le temps et avec les cycles thermiques et que leur pose est relativement facile; ainsi sur nos différentes piéces nous avons prévu des portées de joints planes. Par contre l'étanchéité des joints en polymide nécessite une trés bonne planéité des portées de joints et une bonne découpe de ceux-ci. La moindre bavure ou irrégularité dans la découpe du joint entraine une fuite plus ou moins importante. D'autre part un joint particuliérement difficile à maintenir en place pendant le montage des piéces est celui entre la contre-bride du support des bobines et la bride sur le corps du Dewar (joint n°10). En effet le joint de diamétre extérieur 112 mm et de largeur 1,5 mm reste difficilement en place pendant le montage à cause du poids important des bobines et de leur support; pour placer correctement ce joint plusieurs tentatives étaient nécessaires avant d'obtenir une bonne étanchéité à ce niveau.

Par ailleurs l'étanchéité entre les autres piéces (qui ne sont pas à la température de l'Hélium liquide) est assurée par des joints toriques en perbunan et la fixation est réalisée avec des colliers sauf au niveau du couvercle extérieur, entourant les bobines et l'enceinte expérimentale, qui est fixé à la bride du cylindre extérieur par des vis.

8- MESURE ET REGULATION DE LA TEMPERATURE

Pendant la mise en route du cryostat et les expériences (d'irradiations et de recuits) il est nécessaire de connaitre avec précision la température de l'échantillon. D'autre part un controle de la température en différents points du cryostat (bain d'Hélium et bobines supraconductrices) est nécessaire. C'est ainsi que des thermométres de mesure, de régulation ou de controle font partie de l'installation. Ces thermométres sont constitués de résistances de Carbone (Allen Bradley) et de résistances de Platine. Les différentes résistances ont étè cyclées (dans l'Azote et l'Hélium liquides) et étalonnées entre 2 et 300 K (dans un autre cyostat). Les thermométres de Carbone ont une résistance électrique sensible aux variations de température dans l'intervalle 20-2 K (33 Ω à 300 K, 68 Ω à 20 K, 265 Ω à 4,2 K et 937 Ω à 2 K) et sont de ce fait utilisés aux températures inférieures à 20 K. Par contre les thermométres de Platine ont une résistance sensible aux variations de température dans l'intervalle 20-300 K et sont donc utilisés dans ce domaine de température (110 Ω à 300 K, 26 Ω à 77 K et 1,5 Ω à 20 K). Avec ces différents thermométres la température est évaluée avec une précision meilleure que 10%.

8-1- THERMOMETRES DE MESURE ET DE REGULATION DE LA TEMPERATURE

Ces thermométres sont placés dans l'enceinte expérimentale et au niveau de l'échantillon. Deux thermométres (un en Carbone et un en Platine) sont placés en amont (par rapport au sens de circulation de l'Hélium) de l'échantillon et le plus prés possible de celui-ci. Ces thermométres donnent la température de l'échantillon. La figure 10 montre les courbes d'étalonnage de ces deux thermométres; le thermométre de Carbone entre 31 et 1,8 K, le thermométre de Platine entre 20 et 300 K. Deux autres thermométres sont placés en aval de l'échantillon et sont soit utilisés pour le controle de la température de l'échantillon soit insérés dans le circuit de régulation de la température.

8-2- THERMOMETRES DE CONTROLE

Deux thermométres sont placés dans le reservoir d'Hélium afin de controler la température de celui-ci avant et pendant le transfert du liquide. Un seul des thermométres est utilisé à la fois selon le domaine de température; le thermométre de Carbone aux basses températures et le thermométre de Platine au dessus de 30 K. Le thermométre de Platine est placé au niveau des filtres et nous permet de controler la température du reservoir avant le transfert du liquide et de nous assurer que le prérefroidissement à l'Azote liquide est efficace. Le thermométre de Carbone, placé au fond du reservoir, nous permet de controler la descente en température (en dessous de 30 K) pendant le transfert du liquide

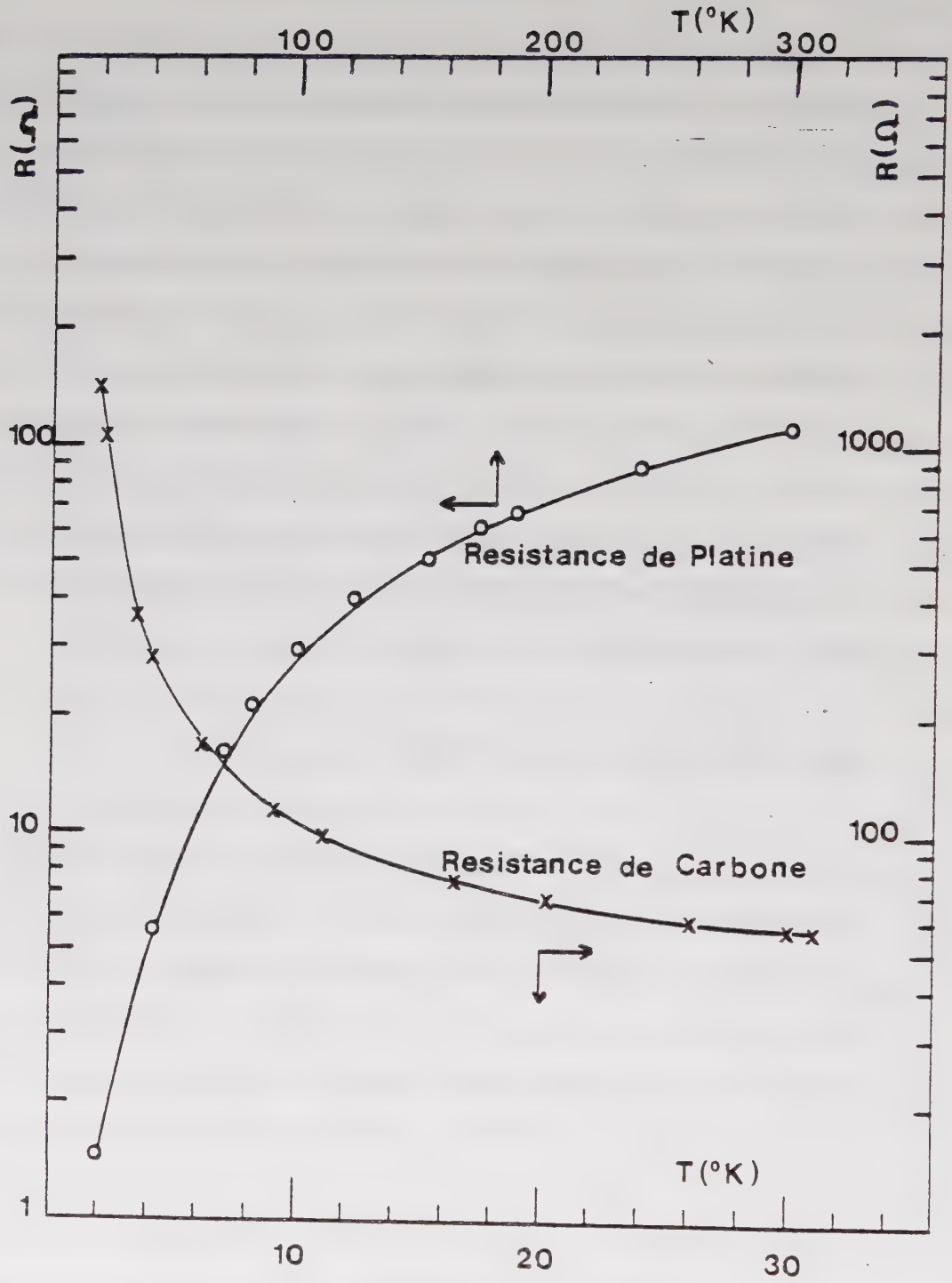

T(°K)
100
200
300
R(Ω)
R(Ω)
100
10
1
1000
100
Resistance de Platine
Resistance de Carbone
T(°K)
10
20
30

FIG. 10

et de constater si nous commençons à avoir du liquide au fond du reservoir. Pour le controle du niveau de l'Hélium liquide une canne-jauge de niveau descend depuis la tête du Dewar jusqu'au niveau des filtres, en déplaçant cette canne-jauge vers le haut nous controlons la quantité de liquide que nous versons au-delà du niveau des filtres. Enfin un troisiéme thermométre (de Carbone) est placé au niveau du support des bobines et en contact thermique avec la paroi intérieure de celui-ci. Ce thermométre nous permet de controler la descente en température de cette masse métallique, qui impose sa vitesse de refroidissement à l'ensemble du cryostat. D'autre part, ce thermométre permet de nous assurer que les bobines supraconductrices baignent dans l'Hélium liquide et que nous pouvons envoyer le courant dans les bobines sans aucun risque; même dans le cas où le niveau du liquide n'atteint pas les filtres (non "visible" avec la canne-jauge), ce thermométre nous permet de savoir si nous pouvons "allumer" les bobines et éviter ainsi un autre transfert de liquide.

8-3- REGULATION DE LA TEMPERATURE

La variation de la température de l'échantillon est obtenue par chauffage controlé. La sonde de température (au Carbone RC2 ou en Platine RPt2) $X=X(T)$ est insérée dans un pont de Wheatstone. La température de consigne T_0 est fixée par une résistance ajustable X_0 qui appartient au pont. Celui-ci est alimenté par le signal de référence d'un detecteur synchrone qui délivre le signal de déséquilibre $E = E (X - X_0)$. Ce signal est préamplifié puis appliqué à l'ensemble de trois amplificateurs à actions ajustables

qui délivrent respectivement les signaux suivants :

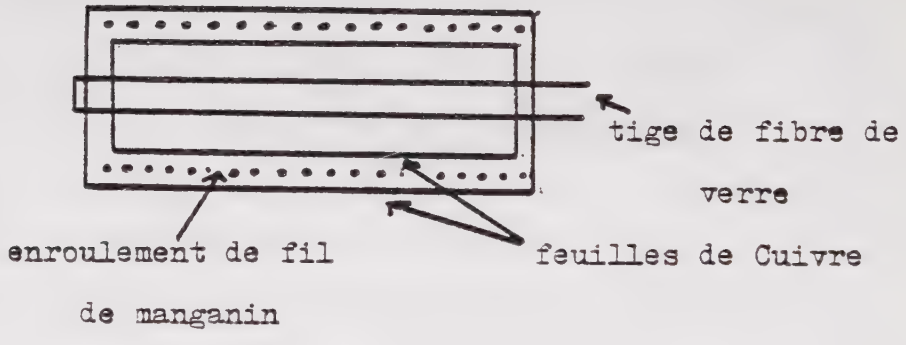
$$V_1 = a_1 \cdot E(t) \qquad \text{(action proportionnelle)}$$

$$V_2 = a_2 \cdot (\partial E(t) / \partial t) \qquad \text{(action dérivée)}$$

$$V_3 = a_3 \cdot \int_0^t E(t')dt' \qquad \text{(action intégrale)}$$

Un amplificateur continu fournit dans l'enroulement de chauffage (Rch) la puissance $W = G(V_1 + V_2 + V_3)$; a_1, a_2, a_3 et G sont des gains ajustables adaptés à la température de fonctionnement du cryostat.

La résistance chauffante (Rch) servant à la régulation de la température de l'échantillon est constituée d'un fil de manganin en contact thermique avec de minces feuilles de Cuivre.



Depuis la tige de fibre de verre, qui supporte l'ensemble de cette résistance chauffante, on rencontre une succession de feuilles de Cuivre et d'enroulements de fil de manganin isolé. Les feuilles de Cuivre ont une épaisseur de 0,1 mm, et la dernière feuille de Cuivre est placée de

façon à ce que l'ensemble de cette résistance épouse la forme de l'enceinte qui lui est réservée et ceci afin que tout l'Hélium passant dans cette région échange la chaleur avant d'aller réchauffer l'échantillon. Les différents enroulements de fil de manganin sont constitués d'un seul fil dont la résistance éléctrique est de 50Ω. Le courant traversant l'enroulement de chauffage (délivré à la sortie du régulateur) est variable entre 0,1 et 1 A ce qui correspond à une puissance comprise entre 0,5 et 50 Watts et ceci selon le domaine de température utilisé.

8-4- TIROIR UTILISE

Un ensemble d'interrupteurs, d'inverseurs et de contacteurs, montés et cablés sur un tiroir (fig. 11) nous permet d'insérer dans le circuit de mesure le (ou les) thermomètre choisi. Les interrupteurs I_1, I_2, I_3 et I_4 permettent le choix du thermomètre de Carbone ou de Platine (RC1 et RPt1 placés en amont de l'échantillon, RC2 et RPt2 placés en aval), de même l'inverseur tétrapolaire I_5 permet de choisir l'un des deux thermomètres (RC3 et RPt3) placés dans le bain d'Hélium. Pour les thermomètres "aval" ils sont utilisés aussi pour la régulation de la température et l'inverseur tétrapolaire J_5 permet de choisir le mode de fonctionnement de ces thermomètres en "mesure" ou en "régulation" (R circuit de régulation où arrive aussi la résistance chauffante Rch). Les interrupteurs J_1, J_2, J_3 et J_4 permettent d'utiliser seulement le (ou les) thermomètre dont on a besoin (J_1 thermomètres "amont", J_2 thermomètres "aval", J_3 thermomètres du bain et J_4 thermomètre des bobines).

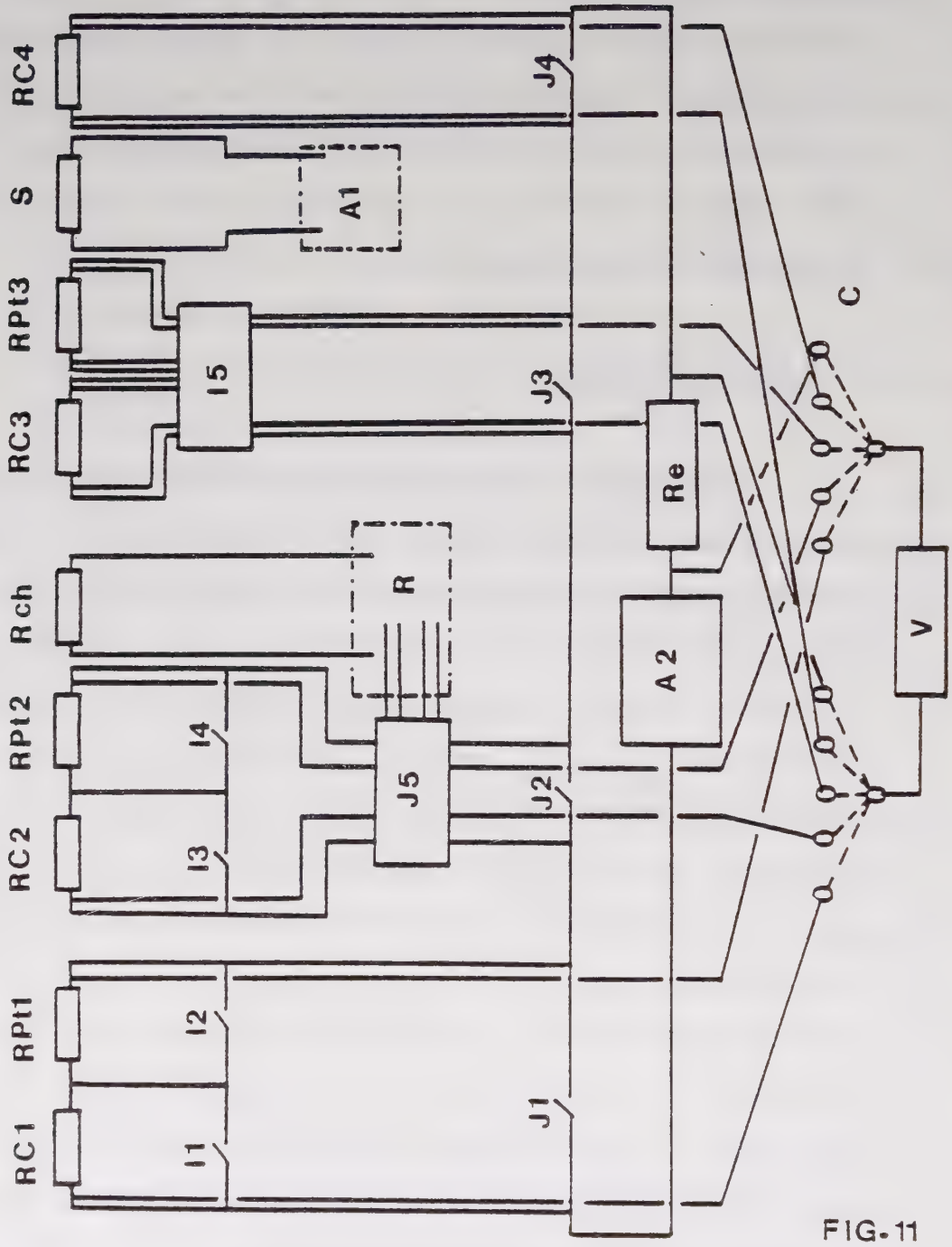

RC1
RPt1
RC2
RPt2
Rch
RC3
RPt3
S
RC4
I1
I2
I3
I4
I5
A1
R
J1
J2
J3
J4
J5
A2
Re
C
V

FIG-11

Tous ces thermomètres sont alimentés par la même source de courant (A2) qui délivre un courant d'environ 100 μA. La résistance étalon (R_e = 10 Ω) permet de connaitre exactement ce courant. La source d'alimentation de puissance (A1) alimente le shunt S des bobines supraconductrices. Enfin un contacteur C permet d'envoyer aux bornes d'un voltmétre numérique (V) la tension du thermométre choisi (montage 4 fils pour tous les thermométres). La lecture de la température se fait donc sur le voltmétre et un inverseur de courant, inséré dans le circuit, permet la lecture de +T et -T afin d'éliminer les erreurs et de connaitre la température avec précision. Toutes les connexions sont réalisées en fil de manganin depuis les thermométres jusqu'aux prises "Lémo" (à passage étanche) situées soit sur la tête du Dewar soit à l'extrémité de l'enceinte échantillon-thermostat. La jonction entre le cryostat et le tiroir, situé à l'extérieur de la salle d'irradiation, est faite à l'aide de cables réalisés avec des fils protégés par une gaine de masse.

9- MISE EN ROUTE ET PERFORMANCES DU CRYOSTAT

9-1- MISE EN ROUTE

Un groupe de pompage nous permet de réaliser un vide d'isolement thermique de 10^{-3} Torr. Le cryostat étant sujet à des déplacements lors des expériences d'irradiation (sous la source de rayonnement, pendant l'irradiation proprement dite et dans la cellule, loin de la source de rayonnement pendant les expériences de recuits et de préparation) il est nécessaire de réaliser le vide d'isolement en statique. Le vide doit donc être maintenu dans l'enceinte du vide d'isolement thermique en dehors de tout pompage continu.

Avant refroidissement, il est nécessaire de mettre le cryostat (Dewar-bain d'Hélium et enceinte expérimentale) sous atmosphére d'Hélium en ayant pris la précaution de chasser tout l'air qui se trouve dans le cryostat. C'est ainsi que des balayages à l'Hélium gaz sont effectués. En maintenant les vannes froides ouvertes nous faisons circuler l'Hélium gaz dans les deux sens (depuis le Dewar-bain d'Hélium vers l'enceinte expérimentale et depuis l'enceinte expérimentale vers le Dewar-bain d'Hélium) afin de nettoyer le cryostat de l'air qu'il renferme. Ces balayages sont effectués plusieurs fois et à la fin de ceux-ci nous laissons le cryostat sous atmosphére d'Hélium. Le gaz, nécessaire pour cette mise sous atmosphére, est fourni soit par un ballon d'Hélium (au laboratoire pendant les essais) soit par la bouteille d'Hélium liquide (quand le cryostat est installé dans la cellule d'irradiation). En effet le liquide se trouvant dans cette bouteille s'évapore doucement et le gaz recueilli de cette

évaporation est utilisé pour la mise sous atmosphére. Dans ce dernier cas une soupape est insérée dans le circuit pour évacuer le surplus de vapeurs d'Hélium. La figure n°12 montre le dispositif mis en place (pompe primaire et ensemble de vannes) pour la réalisation des opérations de pompage, de balayages et de mise sous atmosphére d'Hélium. Par exemple, pour faire circuler l'Hélium gaz depuis le Dewar-bain d'Hélium jusqu'à l'enceinte expérimentale il faut ouvrir les vannes 1,3 et 7 (surpression de gaz sur le Dewar) et pomper sur l'enceinte expérimentale en ouvrant la vanne n°10. La vanne n°15 permet le passage par un débimétre à bille afin de controler le passage du gaz depuis le Dewar jusqu'à l'enceinte expérimentale. Pour le balayage dans l'autre sens il suffit de faire l'opération dans le sens inverse en ouvrant les vannes 1,2 et 8 et en pompant par la vanne n°13. Pour la mise sous atmosphére il faut ouvrir les vannes 4, 5, 6, 7 et 8 si on dispose d'un ballon, sinon ouvrir en plus les vannes 1, 2, 3 et 9 pour utiliser le gaz provenant de la bouteille de liquide (arrivée surpression d'Hélium coupée).Une foi le cryostat sous atmosphére d'Hélium il est possible de commencer les transferts d'Azote liquide. Pour obtenir un prérefroidissement efficace, à la fin de la premiére journée, il est nécessaire d'effectuer quatre transferts d'Azote liquide. Le lendemain il est possible de faire un transfert d'Hélium liquide qui dure environ une Heure, à cause de la masse importante des bobines à refroidir et à maintenir à 4,2 K, et à cause de la garde minimum d'Hélium liquide nécessaire (environ 5,5 l) avant d'atteindre le niveau des filtres. Au dessus de ce niveau il n'est pas indiqué de verser plus de 10 cm de liquide (environ 3,5 l) sinon on a une grande

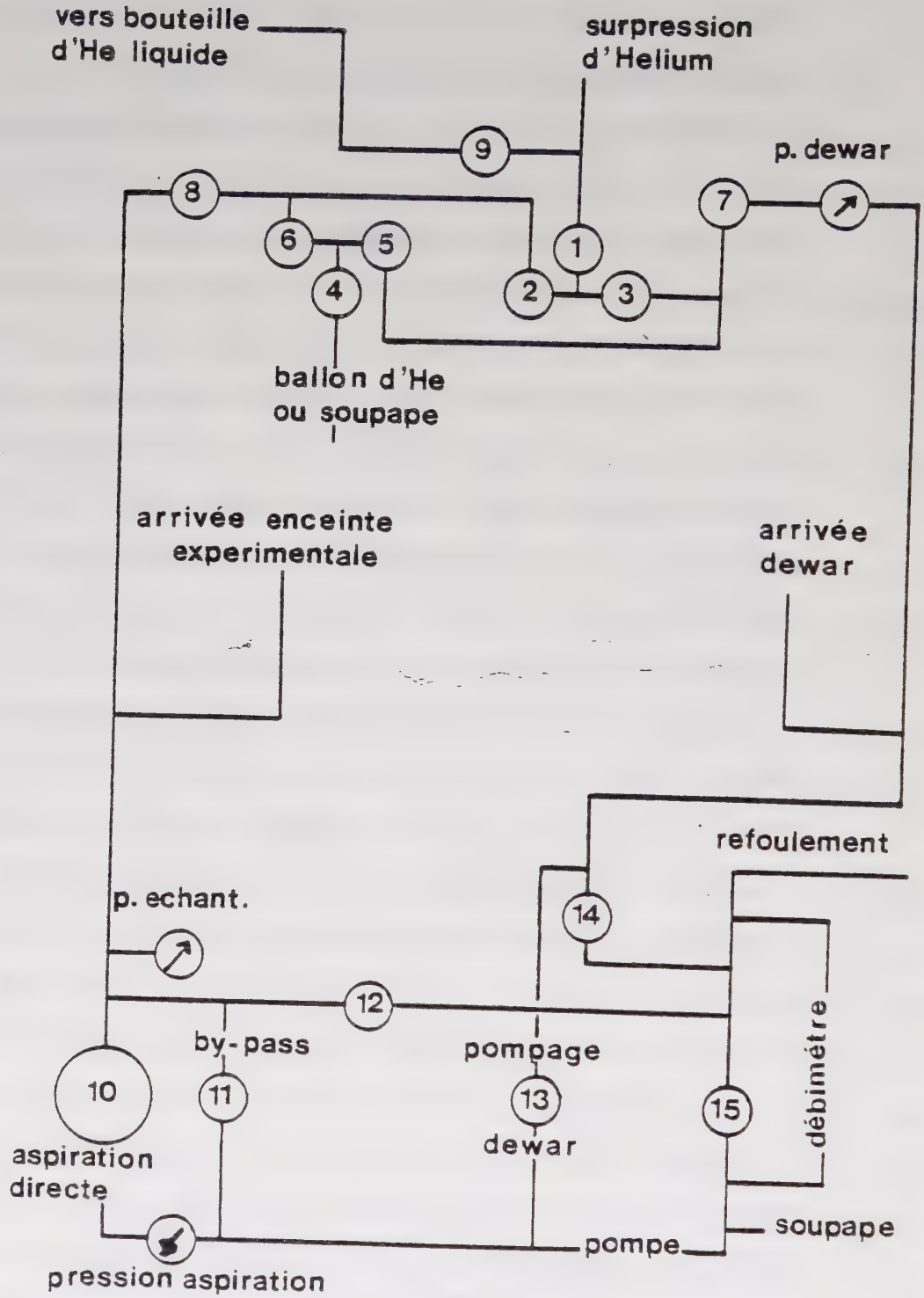

vers bouteille
d'He liquide
surpression
d'Helium
p. dewar
9
8
7
6
5
1
4
2
3
ballon d'He
ou soupape
arrivée enceinte
experimentale
arrivée
dewar
refoulement
p. echant.
14
12
by-pass
pompage
débimétre
10
11
13
15
aspiration
directe
dewar
soupape
pompe
pression aspiration

FIG. 12

consommation inutile d'Hélium liquide. Quand le reservoir est rempli on commence à refroidir l'échantillon; pour ce faire une surpression de gaz chaud est envoyée sur le bain d'Hélium (vannes 1 et 3 ouvertes) et un pompage sur l'enceinte expérimentale est effectué (vanne 11 ouverte) donnant une circulation de gaz (provenant du liquide) qui refroidit l'échantillon jusqu'à 4,2 K en 10 à 15 minutes environ (absence de lourde masse à refroidir). Pendant le transfert d'Hélium liquide, les vapeurs sont évacuées en ouvrant la vanne 14, et on laisse l'enceinte expérimentale sur le ballon ou la soupape (vannes 4, 6 et 8 ouvertes).

9-2- PERFORMANCES DU CRYOSTAT A IRRADIATION

9-2-1- REFROIDISSEMENT DE L'ENSEMBLE DU CRYOSTAT ET DE L'ECHANTILLON

Le prérefroidissement à l'Azote liquide améne la température du Dewar-bain d'Hélium de 300 à 150 K en 24 Heures (et à 120 K en 48 Heures). Si les vannes froides sont ouvertes (communication entre reservoir d'Hélium et enceinte expérimentale), la température de l'échantillon passe à 250 K dans le même temps. Durant la premiére journée de mise en froid (en partant de 300 K) nous effectuons 4 transferts d'Azote liquide; les journées suivantes deux transferts suffisent pour maintenir le cryostat froid (le deuxiéme transfert n'étant qu'un appoint). L'autonomie en Azote liquide est de 24 Heures environ, c'est-à-dire qu'au delà de cet intervalle de temps, si un autre transfert de liquide n'est pas effectué, le cryostat commence à se réchauffer. Dans ces conditions la consommation d'Azote est d'environ 360 cm^3 de liquide par Heure.

En partant d'un bain à 150 K, le premier transfert d'Hélium liquide dure une Heure à cause de la masse importante des bobines à refroidir. Ainsi aprés une Heure de transfert les bobines et le bain sont à 4,2 K et celui-ci contient 9 litres d'Hélium liquide (5,5 l de garde minimum avant d'atteindre le niveau des filtres et 3,5 l au dessus du niveau des filtres). Pour refroidir l'enceinte expérimentale, 10 à 15 minutes de circulation d'Hélium suffisent pour amener la température de l'échantillon de 250 à 4,2 K. Pour ce faire une surpression de gaz chaud (environ 400g) est envoyée sur

le bain et un pompage est effectué sur l'enceinte expérimentale (pour obtenir la circulation du gaz froid). En augmentant le débit de pompage il est possible d'amener l'échantillon jusqu'à 3,6 K. Si nous désirons obtenir des températures plus basses au niveau de l'échantillon il faut effectuer un pompage simultané sur le bain d'Hélium et sur l'enceinte expérimentale en gardant une différence de pression positive dans le sens de circulation (P(bain) > P(enc. exp.)). Dans ces conditions la température de l'échantillon peut atteindre 2 K.

Pour maintenir l'échantillon à 4,2 K, en dehors des irradiations, la consommation d'Hélium nécessaire est de 700 cm^3 d'Hélium liquide par Heure. Enfin, si un ou plusieurs transferts d'Hélium liquide sont effectués dans la journée, le bain se retrouve le lendemain (entre16 et 9 H) à 80 K et l'échantillon à 180 K et ceci en dehors de tout pompage, échantillon et bain étant branchés sur le ballon d'Hélium ou la soupape.

9-2-2- MESURE ET REGULATION DE LA TEMPERATURE DE L'ECHANTILLON

La température de l'échantillon est mesurée à l'aide de thermométres constitués de résistances de Carbone ou de Platine étalonnées. Pour les résistances de Carbone, utilisées à des températures inférieures à 30 K, l'erreur commise sur la valeur de la température n'exéde pas 5% et la reproductibilité des mesures se fait avec une incertitude meilleure que 1%. Pour les résistances de Platine (T > 30 K) l'erreur sur la mesure de T ne dépasse pas 10% entre 30 et

150 K et 15% entre 150 et 300 K. Le controle de la température de l'échantillon entre celle indiquée par le thermométre amont et celle indiquée par le thermométre aval a montré que l'écart entre celles-ci ne dépasse pas 10% (inférieur à 5% si T $<$50 K). La reproductibilité des mesures de la température n'est pas affectée quand le cryostat est sous irradiation; de même les valeurs des incertitudes indiquées ci-dessus sont inchangées au moment de l'irradiation de l'échantillon.

La régulation de la température de l'échantillon est obtenue par chauffage controlé et asservi. Quand la température de consigne est atteinte, le chauffage est coupé automatiquement mais la température de l'échantillon continue de croitre jusqu'à ce que tout l'Hélium réchauffé atteigne l'échantillon. Comme l'Hélium continue de circuler il s'en suit un refroidissement de l'échantillon et la température de celui-ci devient inférieure à la température de consigne et le chauffage se déclenche de nouveau. Ces oscillations en température n'éxédent pas 1,5 à 2% et nous pouvons considérer que la température obtenue au niveau de l'échantillon est stable. La vitesse de réchauffement de l'échantillon est de 3°/mn jusqu'à 200 K et de 2,2°/mn entre 180 et 300 K. Le courant de chauffage utilisé est variable entre 0,1 et 1 A, mais pour notre régulation nous n'utilisons que le domaine 0,1 à 0,5 ou 0,6 A ce qui correspond à une puissance comprise entre 0,5 et 18 W. Le refroidissement de l'échantillon depuis une température donnée (obtenue par chauffage controlé) jusqu'à une température de référence est obtenu rapidement en coupant le chauffage.

9-2-3- PERFORMANCES SOUS IRRADIATION

D'aprés les calculs théoriques et les valeurs expérimentales des débits des tubes capillaires, la puissance évacuée par le débit total de 0,14 l/s d'Hélium gaz est de 0,5 Watt. Ce débit peut être amélioré en envoyant une surpression (de 400 à 500 g) d'Hélium gaz sur le bain et en pompant sur l'enceinte expérimentale. Dans ces conditions le débit total (circuit faible débit et circuit gros débit) à 4,2 K atteint 0,26 l/s ce qui correspond à une puissance évacuée de 0,9 Watt.

Afin de vérifier ces données nous avons procédé, avant d'effectuer des expériences d'irradiation, à des essais thermiques en simulant le flux d'éléctrons par une résistance chauffante placée dans l'enceinte expérimentale et au niveau de l'échantillon. En partant toujours d'un échantillon à 4,2 K nous envoyons une certaine puissance éléctrique dans la chauffrette. Nous avons fait varier la puissance jusqu'à 1 Watt. Pour des puissances de 1/4, 1/2 et 1 Watt la température de l'échantillon se stabilise respectivement à 5, 8 et 20 K et descend rapidement à 4,2 K dés que le chauffage est coupé.

Enfin avant de discuter les performances sous irradiation proprement dite, il faut définir les conditions dans lesquelles nous allons effectuer nos expériences d'irradiation. La position du cryostat par rapport à la source de rayonnement doit répondre à trois éxigences :

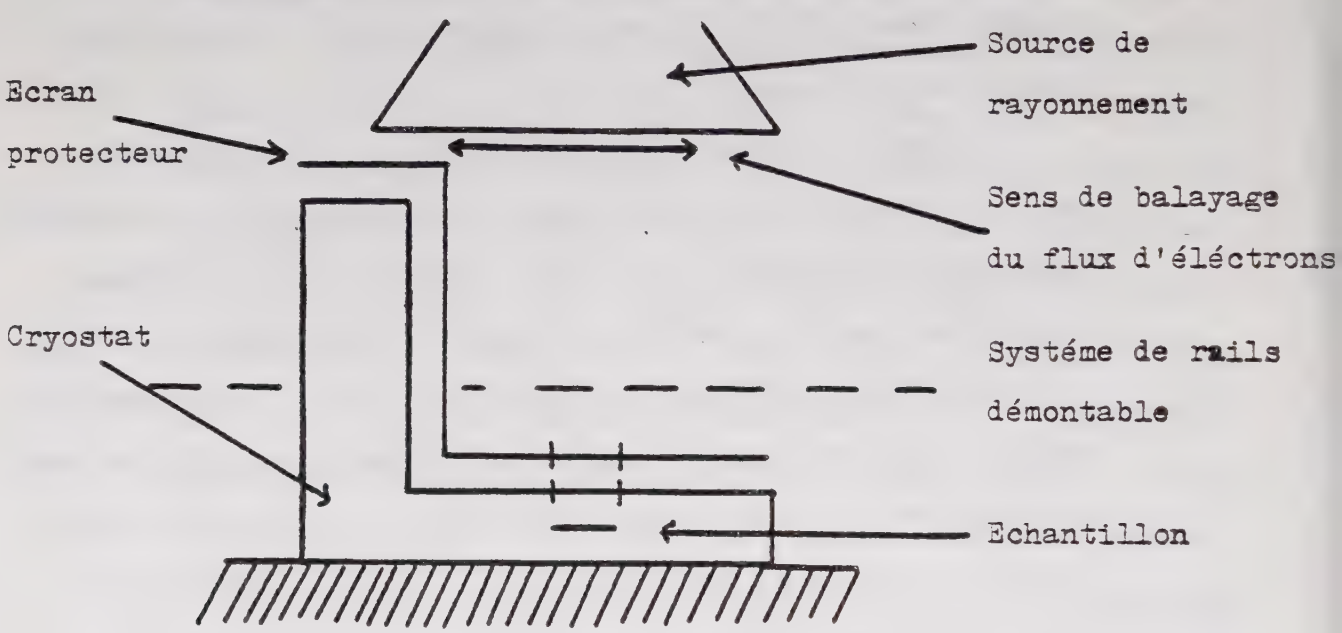
- la position doit être pratique, ne doit pas nécessiter un temps de préparation assez long et doit être facilement repérable pour la reproductibilité des conditions de l'expérience;

- dans cette position nous devons obtenir un effet mesurable sur nos échantillons en ayant des temps d'exposition raisonnables (n'éxédant pas 2 Heures);

- cette position doit être compatible avec les capacités thermiques du cryostat (puissance inférieure à 1 Watt).

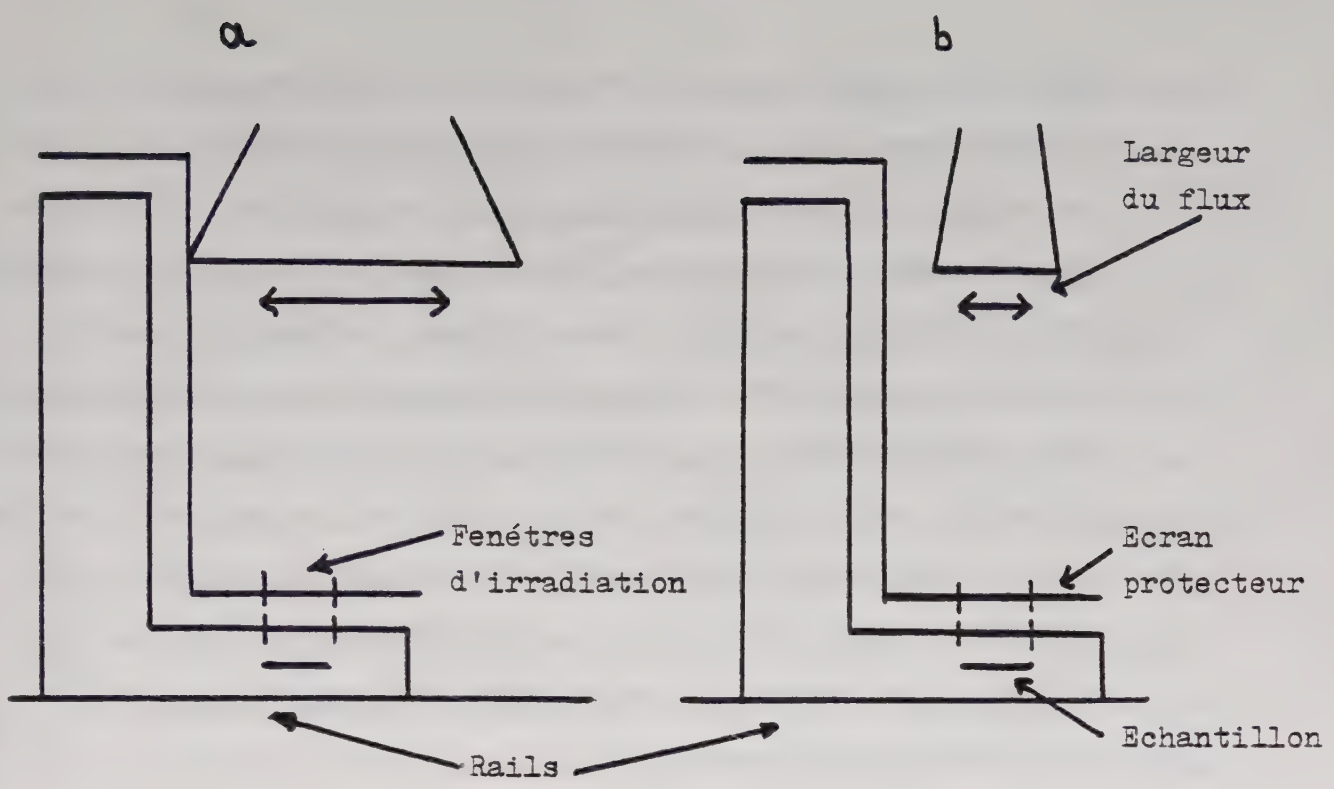
En ce qui concerne la position du cryostat par rapport à la source de rayonnement, il existe deux possibilités.

La premiére possibilité consiste à placer le cryostat au niveau du sol sous la fenétre de sortie des éléctrons.



Dans cette position il est indispensable de retirer le systéme de rails (servant à des convoyeurs et faisant partie de l'installation) et de le remettre en place à la fin des irradiations. Ainsi cette position n'est pas pratique puisqu'elle nécessite un temps de préparation assez long (donc des expériences couteuses).

Dans la deuxiéme possibilité nous posons le cryostat sur les rails (donc rapproché de la source de rayonnement). Deux cas de figure sont possibles.

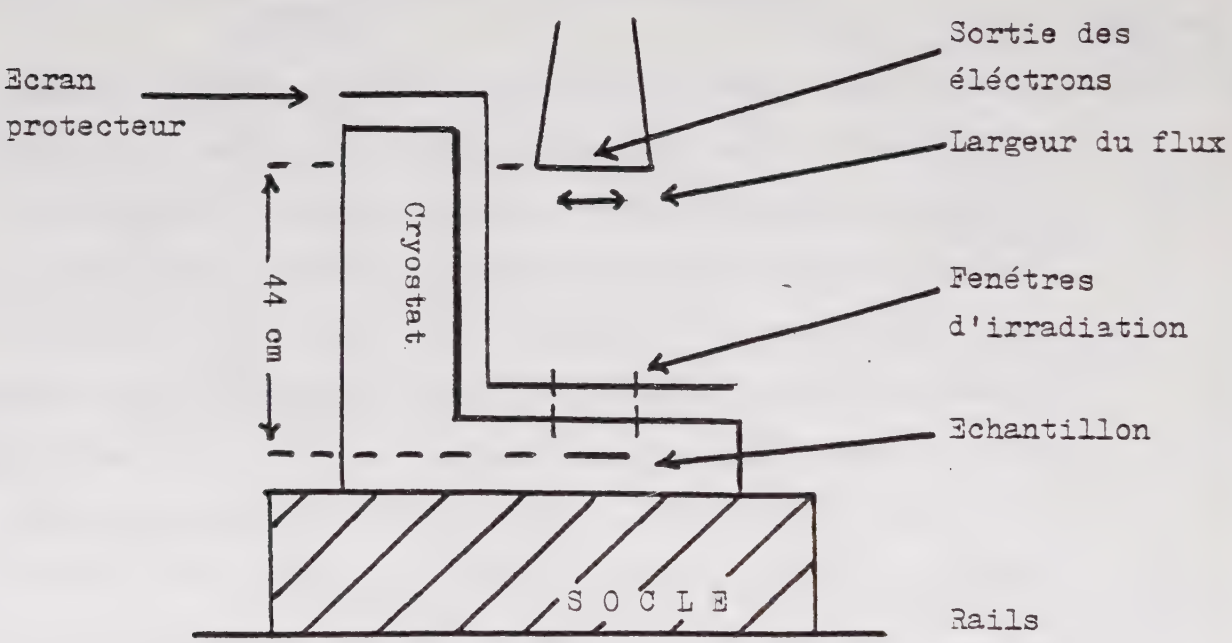


Dans le cas a) l'échantillon est paralléle au sens de balayage du flux d'éléctrons. Cette position n'est pas recommandée puisque l'échantillon se trouve à la limite du champ d'éléctrons et il s'en suit une grande imprécision du flux d'éléctrons à considérer. D'autre part dans le cas où on désire réduire le balayage (pour augmenter le flux instantané) l'échantillon risque de se trouver hors du champ. Enfin si on désire rapprocher le cryostat de la source de rayonnement l'échantillon risque aussi d'être en dehors du champ.

Dans le cas b) l'échantillon est perpendiculaire au sens de balayage du flux. Dans cette position l'échantillon est placé au centre du champ d'éléctrons et un rapprochement du cryostat ou une reduction de balayage ne mettront pas l'échantillon en dehors du champ. C'est cette derniére configuration qui sera retenue pour conduire les expériences d'irradiation.

Des irradiations préliminaires, avec le cryostat

dans cette position, ont montré qu'il faut des temps d'exposition assez longs (plusieurs heures) pour observer un effet mesurable sur nos échantillons. Afin de pallier à cet inconvénient nous avons décidé de rapprocher davantage le cryostat de la fenétre de sortie des éléctrons. La nouvelle position du cryostat doit être définie correctement afin de maintenir ce facteur géométrique (distance entre échantillon et fenétre de sortie des éléctrons) constant pendant toutes les expériences d'irradiation. C'est ainsi que sera intercalé entre le cryostat et les rails un socle de hauteur fixe. La position du socle sur les rails sera repérée et celui-ci sera toujours remis au même endroit.



De plus et afin de réduire davantage les temps d'exposition nous avons pris un courant d'éléctrons de 200 μA (le courant minimum délivré par l'accélérateur étant de 100 μA) et réduit le balayage du flux de 100 à 50%. Dans ces conditions et en tenant compte du facteur géométrique le flux instantané d'éléctrons a été multiplié par

environ 10 ce qui nous a considérablement réduit les temps d'exposition nécessaires à nos expériences d'irradiation.

Nous nous sommes limités à ces données 44 cm, 200 μA et 50% de balayage du flux d'éléctrons afin d'avoir un flux instantané compatible avec les performances thermiques du cryostat. Dans ces conditions la puissance dissipée dans l'enceinte expérimentale sous le flux d'éléctrons est de l'ordre de 0,8 à 0,9 Watt (l'énergie perdue par un éléctron de 3 MeV dans 1 mm d'InAs étant d'environ 0,6 MeV). Ainsi sous le flux d'éléctrons la température de l'échantillon se stabilise à environ 20 K, le débit d'Hélium gaz est de 0,26 l/s et la consommation d'Hélium liquide est d'environ 1,5 l/H.

10- CONCLUSION

Ainsi nous avons réalisé et mis au point un dispositif expérimental qui nous permet de mieux approcher les phénoménes concernant les effets des irradiations sur les semi-conducteurs et d'augmenter les moyens dont nous disposons pour étudier le comportement des défauts dans les matériaux.

Le cryostat nous permet de réaliser des expériences d'irradiation à basse température et de mesurer les effets de celle-ci. Grace aux deux bobines supraconductrices, dont est muni le cryostat, il nous est possible d'effectuer les mesures d'Effet Hall aprés les irradiations et ceci avant que le matériau ne puisse subir aucun échauffement. En effet les défauts introduits à basse température n'interagissent pas (ou trés peu) avec ceux du réseau si le matériau est maintenu à basse température aprés l'irradiation. Par ailleurs, le cryostat est muni d'un systéme de régulation de la température permettant de maintenir l'échantillon à toute température comprise entre 4,2 et 300 K, ce qui nous permet de conduire des expériences de recuits isochrones et isothermes et ceci afin d'étudier le comportement des défauts introduits par l'irradiation. Nous avons également prévu des fenétres, au niveau de l'échantillon, pour nous permettre de réaliser des expériences optiques. Enfin, dans le systéme de refroidissement de l'échantillon deux circuits ont étè prévus selon que le cryostat est utilisé sous irradiation ou en dehors.

Enfin, signalons que ce besoin de se doter d'un matériel équivalent se fait de plus en plus ressentir; c'est

ainsi qu'un cryostat analogue au notre, a étè réalisé à l'Université de Würsburg par E. Gmelin, R. Saffert et H. Schönteich (1978). Ils ont irradié des échantillons de Tellure (à 10 K) en utilisant des éléctrons de 1 à 1,5 MeV et dont le courant est de 100 nA. Les temps d'exposition sont assez longs (plusieurs heures) ce qui laisse supposer que la puissance dissipée dans l'enceinte expérimentale est faible (donc flux instantané faible) d'où leur faible consommation d'Hélium sous irradiation : 2 à 3 l/H d'Hélium gaz (pour 0,26 l/s dans notre cas). Par contre les consommations d'Azote liquide, d'Hélium liquide en dehors des irradiations et le principe de régulation de la température de l'échantillon sont similaires aux notres. La plage de température couverte par ce cryostat étant de 2 à 350 K.

DEUXIEME PARTIE

EFFETS DE L'IRRADIATION ELECTRONIQUE SUR L'ARSENIURE D'INDIUM DE TYPE N

1- INTRODUCTION

Dans le cadre de ce travail nous nous sommes intéressés aux effets de l'irradiation électronique sur l'InAs de type n. Afin de mieux connaitre les défauts introduits dans l'InAs nous avons irradié nos échantillons à 0°C et à 20 K. Nous avons ainsi détérminé quantitativement la densité des centres donneurs introduits en effectuant des mesures d'effet Hall. Cette densité (des défauts introduits) a étè étudiée en fonction du flux électronique et de la température à laquelle sont efféctuées les irradiations. Le taux d'introduction de défauts a étè analysé et discuté, dans les échantillons irradiés à 0°C, en fonction du niveau de Fermi. Par ailleurs des traitements thermiques (recuits isochrones) nous ont permi d'étudier le comportement des défauts introduits et leur guérison en fonction de la température.

Dans cette deuxiéme partie du travail nous exposons et discutons les résultats des irradiations effectuées d'abord à 0°C et ensuite à 20 et 70 K en utilisant le cryostat réalisé à cet effet.

Les électrons accélérés utilisés pendant nos irradiations sont fournis par l'accélérateur VULCAIN. Celui-ci est un accélérateur du type VAN DE GRAAFF installé au C.A.P.R.I. (Centre d'Application et de Promotion des Rayonnements Ionisants) du C.E.N. Saclay. Le faisceau d'électrons (à tir vertical) est un faisceau continu à balayage (f=200 Hertz) dont l'intensité peut varier entre 100 µA et 1 mA. L'énérgie des électrons peut être fixée entre 500 KeV et 3 MeV, et pour une

énérgie de 3 MeV la puissance totale émise est de 3 KW. Les variations du flux d'électrons sont obtenues (dans notre cas) en faisant varier le courant de ceux-ci (entre 100 et 400 μA), le balayage du flux (entre 100 et 25 %) et bien évidemment le temps d'éxposition.Par ailleurs nous avons maintenu, pendant nos expériences, l'énérgie des électrons fixée à 3 MeV. Cette énérgie est supérieure à l'énérgie de seuil (256 KeV) dans InAs (pour la production de paires de Frenkel) détérminée par Bauerlein.

2- IRRADIATIONS A 0°C

2-1- DISPOSITIF EXPERIMENTAL

2-1-1- DISPOSITIF EXPERIMENTAL D'IRRADIATION

Les irradiations electroniques des échantillons ont été efféctuées à l'accélérateur VULCAIN. La puissance du faisceau d'electrons peut atteindre 3 KW et il en résulte un fort échauffement de l'échantillon en l'absence de précautions particuliéres. C'est ainsi que nous avons mis au point un dispositif expérimental nous permettant de balayer nos échantillons avec un jet d'Azote gazeux et de les maintenir au voisinage de 0°C pendant l'irradiation. Le flux gazeux est obtenu par évaporation d'Azote liquide contenu dans un vase Dewar. La température de l'échantillon est fixée, avant irradiation, entre - 60 et - 30 °C (selon la valeur de la puissance envoyée sur l'échantillon, comprise environ entre 20 et 80 W) de sorte que celui-ci se retrouve à 0°C sous irradiation. Les corrections apportées à la température de l'échantillon, pendant le bombardement, se font par commande du débit d'Azote gazeux. Ce débit est réglable (depuis l'extérieur de la cellule d'irradiation) à l'aide d'une résistance chauffante plongeant dans l'Azote liquide. La température de l'échantillon est controlée par un thermocouple Chromel-Alumel.

Afin d'obtenir une irradiation homogéne, l'échantillon est irradié à temp égal sur ses deux grandes faces.

Les mesures d'Effet Hall et de résistivité éléctrique, n'étant pas effectuées sur place, l'échantillon est placé

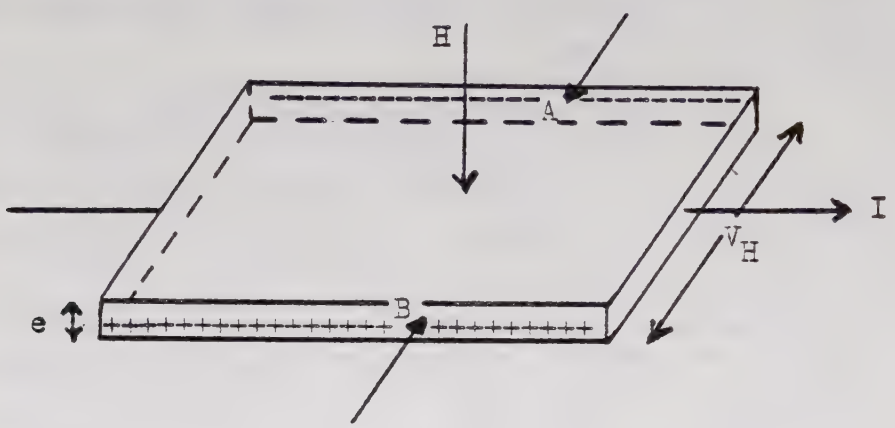
dans l'Azote liquide à la fin de l'irradiation. Cette précaution est prise afin d'éviter tout recuit (non controlé) de défauts introduits par l'irradiation.

Pour les expériences de recuit isochrones nous utilisons une étuve régulée entre 35 et 200°C et un four entre 250 et 500°C, dans lesquels nous plaçons nos échantillons, sous atmosphére d'Azote, pendant un temps détérminé (entre 10 et 20 mn).

Aprés irradiation et aprés recuit les mesures de R_H et de ρ sont efféctuées à 300 K. En effet des mesures préliminaires ont montré que le recuit, intervenant entre 0°C (température d'irradiation) et 300 K (température de mesures) et pendant le temps de mesures(2-3 minutes), est trés faible. D'autre part, l'échantillon est placé sur un support refroidi pour efféctuer les mesures. Cette derniére précaution est surtout prise lorsque l'échantillon n'est pas dopé (Si) et quand il a reçu une faible dose d'irradiation; c'est dans ce cas que le recuit est le plus important tout en restant négligeable (2-3%).

2-1-2- METHODE DE MESURE DE L'EFFET HALL

Soit un échantillon semi-conducteur, de forme parallélipipédique, traversé par un courant électrique I et placé dans un champ magnétique H perpendiculaire au courant et aux faces de l'échantillon. Il apparait alors une



différence de potentiel V_H (tension de Hall) aux bornes de la plaquette de semi-conducteur dans la troisiéme direction telle que :

$$V_H = R_H \times I \times B / e$$

où -R_H est la constante de Hall
-I est l'intensité du courant
-B est l'induction magnétique
-e est l'épaisseur de la plaquette

D'autre part à l'effet Hall s'ajoutent des effets parasites :

- une tension V_{IR} due à l'imperfection de l'alignement des deux contacts A et B de mesure sur une même équipotentielle,
- une tension V_E due à l'effet Ettinghausen proportionnelle à H et à I,

- une tension V_N due à l'effet Nernst proportionnelle au champ H,
- une tension V_{RL} due à l'effet Righi-Leduc proportionnelle à H.

Afin d'éliminer ces effets parasites nous effectuons la mesure de la tension de Hall(V_H) selon la méthode de O. Lindberg (1952) qui consiste à faire quatre mesures en inversant le sens du courant, puis celui du champ magnétique. Nous mesurons ainsi les quatre tensions suivantes :

$$V_1 = V_H + V_E + V_N + V_{RL} + V_{IR} \quad \text{pour } +H \text{ et } +I$$

$$V_2 = -V_H - V_E + V_N + V_{RL} - V_{IR} \quad \text{pour } +H \text{ et } -I$$

$$V_3 = V_H + V_E - V_N - V_{RL} - V_{IR} \quad \text{pour } -H \text{ et } -I$$

$$V_4 = -V_H - V_E - V_N - V_{RL} + V_{IR} \quad \text{pour } -H \text{ et } +I$$

ce qui nous donne $V_H + V_E = (V_1 - V_2 + V_3 - V_4) / 4$

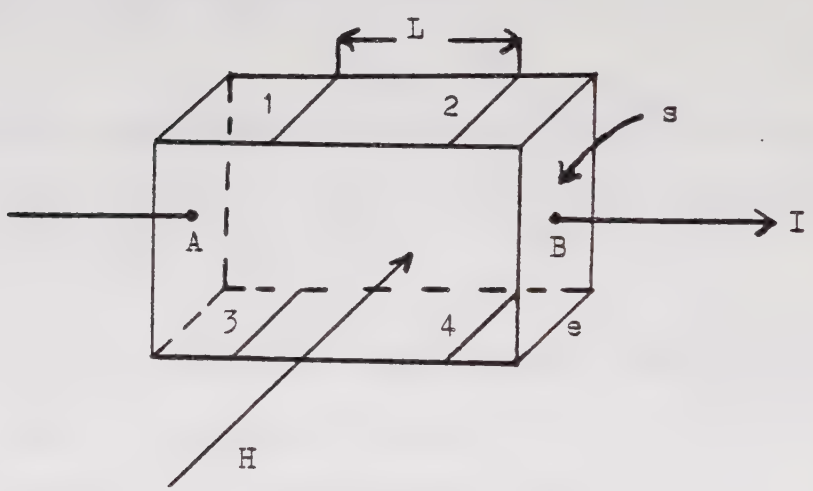
Ainsi seule la tension V_E subsiste et dont on peut parfaitement négliger l'effet devant les erreurs de mesure. Le calcul théorique (D. Borde, 1967) donne un rapport V_E / V_H inférieur à 10^{-5}.

La tension de Hall est mesurée entre les points 1-3 et 2-4. Cette mesure est effectuée en champ et courant constants. Le champ magnétique, fixé à 5000 Gauss, est délivré par un électro-aimant VARIAN, avec une homogénéité meilleure que 1% dans la zone utile. Le courant parcourant l'échantillon a été fixé à 10 mA et dont la valeur exacte

est définie à partir de la tension mesurée aux bornes d'une résistance étalon. Simultanément V_{1-2} et V_{3-4} sont mesurées pour la détermination de la résistivité électrique de l'échantillon.

Les contacts 1 à 4, ainsi que les contacts A et B de courant, sont réalisés avec des contacts pression.

La précision des mesures est de l'ordre de 10% pour le coefficient de Hall ($R_H = (V_H \times e)/(I \times B)$) et de 6% pour la résistivité électrique ($\rho = (V_\rho \times s)/(L \times I)$, avec $V_\rho = (V_{1-2} + V_{3-4})/2$). La reproductibilité de ces mesures est de l'ordre de 2%.



2-2- ECHANTILLONS UTILISES

Les échantillons d'InAs de type n sont irradiés, au voisinage de 0°C, avec des électrons de 3 MeV. La détermination des effets de l'irradiation est faite à l'aide de mesures d'effet Hall et de résistivité électrique. Pour l'étude du comportement des défauts créés par l'irradiation nous effectuons des expériences de recuits isochrones.

Les échantillons utilisés se groupent en deux catégories. Les échantillons non volontairement dopés, appelés S1, ont une densité de porteurs apparente, à 300 K, de l'ordre de 2.10^{16} cm^{-3} et une résistivité électrique d'environ $1,5.10^{-2}$ Ωcm. Les échantillons dopés au Tellure, appelés S2, S3 et S4, ont des densités de porteurs apparentes (à 300 K) de $1,2.10^{17}$, 2.10^{17} et $3,5.10^{17}$ cm^{-3} respectivement. La longueur des échantillons est comprise entre 9 et 14 mm pour une largeur de 1,5 à 3 mm et une épaisseur de 1 mm environ. La densité des porteurs avant irradiation, aprés irradiation et aprés recuit est déterminée par la mesure de la constante de Hall (R_H) selon la méthode de Lindberg. Les mesures de R_H et de la résistivité électrique (ρ) sont effectuées à 300 K.

L'étude, avant irradiation, des variations du coefficient de Hall, entre 8 et 300 K, montre que pour les échantillons S1 (non dopés) la conduction se fait par une bande d'impuretés (maximum dans $R_H(1/T)$ et changement de pente dans ρ $(1/T)$); par contre pour S2, S3 et S4 on trouve que R_H est indépendant de la température ce qui indique que le matériau est dégénéré et que la conduction est du type métallique. A titre d'exemple la figure n°13 montre les

variations de $-R_H$ (R_H est négatif) en fonction de 1/T pour un échantillon du type S1 et un échantillon du type S2.

Le tableau suivant groupe les caractéristiques (avant irradiation) mesurées à 300 K, de l'ensemble des échantillons utilisés.

CARACTERISTIQUES DES ECHANTILLONS AVANT IRRADIATION

Echant.	Dopage	n (cm^{-3})	ρ (Ωcm)	μ ($cm^2 V^{-1} s^{-1}$)
S 11	non dopé	$2,14.10^{16}$	$1,29.10^{-2}$	$2,26.10^{4}$
S 12	"	$2,29.10^{16}$	$1,23.10^{-2}$	$2,22.10^{4}$
S 13	"	$1,97.10^{16}$	$1,40.10^{-2}$	$2,27.10^{4}$
S 14	"	$1,85.10^{16}$	$1,68.10^{-2}$	$2,01.10^{4}$
S 15	"	$2,20.10^{16}$	$1,44.10^{-2}$	$1,97.10^{4}$
S 21	Tellure	$1,23.10^{17}$	$2,76.10^{-3}$	$1,85.10^{4}$
S 22	"	$1,18.10^{17}$	$2,68.10^{-3}$	$1,96.10^{4}$
S 23	"	$1,06.10^{17}$	$2,98.10^{-3}$	$1,98.10^{4}$
S 24	"	$1,16.10^{17}$	$2,63.10^{-3}$	$2,04.10^{4}$
S 31	Tellure	$1,97.10^{17}$	$1,59.10^{-3}$	$1,99.10^{4}$
S 32	"	$1,80.10^{17}$	$1,80.10^{-3}$	$1,93.10^{4}$
S 33	"	$1,87.10^{17}$	$1,75.10^{-3}$	$1,91.10^{4}$
S 41	Tellure	$3,49.10^{17}$	$1,01.10^{-3}$	$1,70.10^{4}$
S 42	"	$3,66.10^{17}$	$1,05.10^{-3}$	$1,45.10^{4}$
S 43	"	$3,55.10^{17}$	$1,19.10^{-3}$	$1,66.10^{4}$
S 44	"	$3,55.10^{17}$	$1,06.10^{-3}$	$1,66.10^{4}$

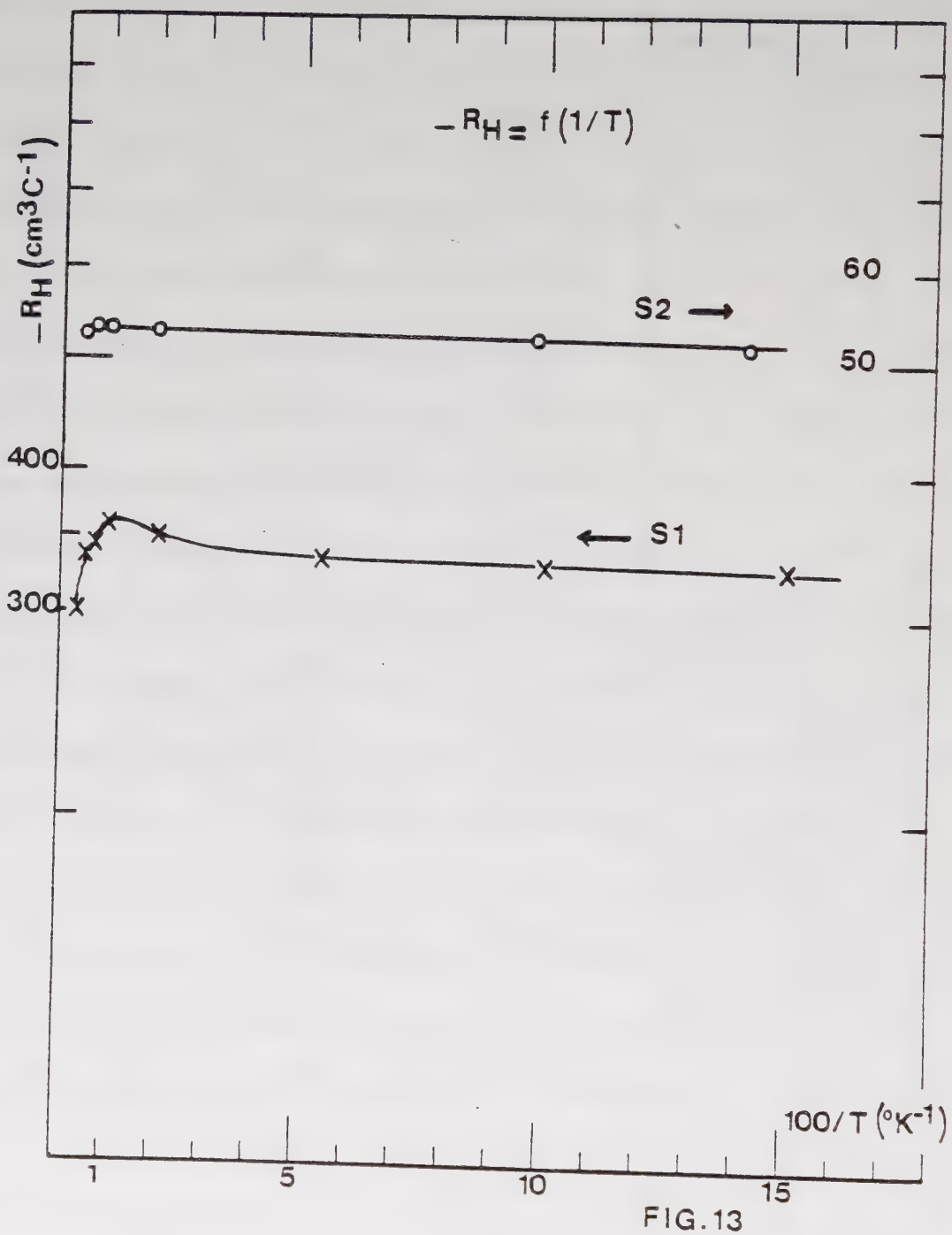


FIG. 13

2-3- RESULTATS DES IRRADIATIONS

Les échantillons d'InAs de type n ont étè irradiés au voisinage de 0°C avec des électrons de 3 MeV. Les flux totaux intégrés utilisés sont compris entre 1.10^{16} et 4.10^{18} e/cm^2. Avant et aprés chaque irradiation la tension de Hall (V_H) et la tension ($V\rho$) sont mesurées. De ces mesures nous déduisons :

- le coefficient de Hall $R_H = (V_H \times e) / (I \times B)$

- la densité des porteurs $n = 1 / (\bar{e} \times R_H)$

- la résistivité électrique $\rho = (V_\rho \times s) / (I \times L)$

- et la mobilité $\mu = R_H / \rho$

La figure n°14 montre les variations de n et de ρ (en fonction du flux Ø) aprés quatre irradiations successives de l'échantillon S 21 (dopé au Tellure). Nous constatons qu'aprés irradiation la densité des porteurs augmente et la résistivité électrique diminue. D'autre part la mobilité était comprise (aprés irradiation) entre 2 et $1,2.10^4$ cm^{2}V^{-1}s^{-1}. Ainsi l'effet principal de l'irradiation sur l'InAs de type n est l'introduction de nouveaux centres donneurs.

Sur la figure n°15, sont représentées les variations de la densité des porteurs en fonction du flux électronique. Ces résultats ne concernent qu'un seul échantillon de chaque type (S1, S2, S3 ou S4).

Soukiassian et coll. (1976) ont montré que les

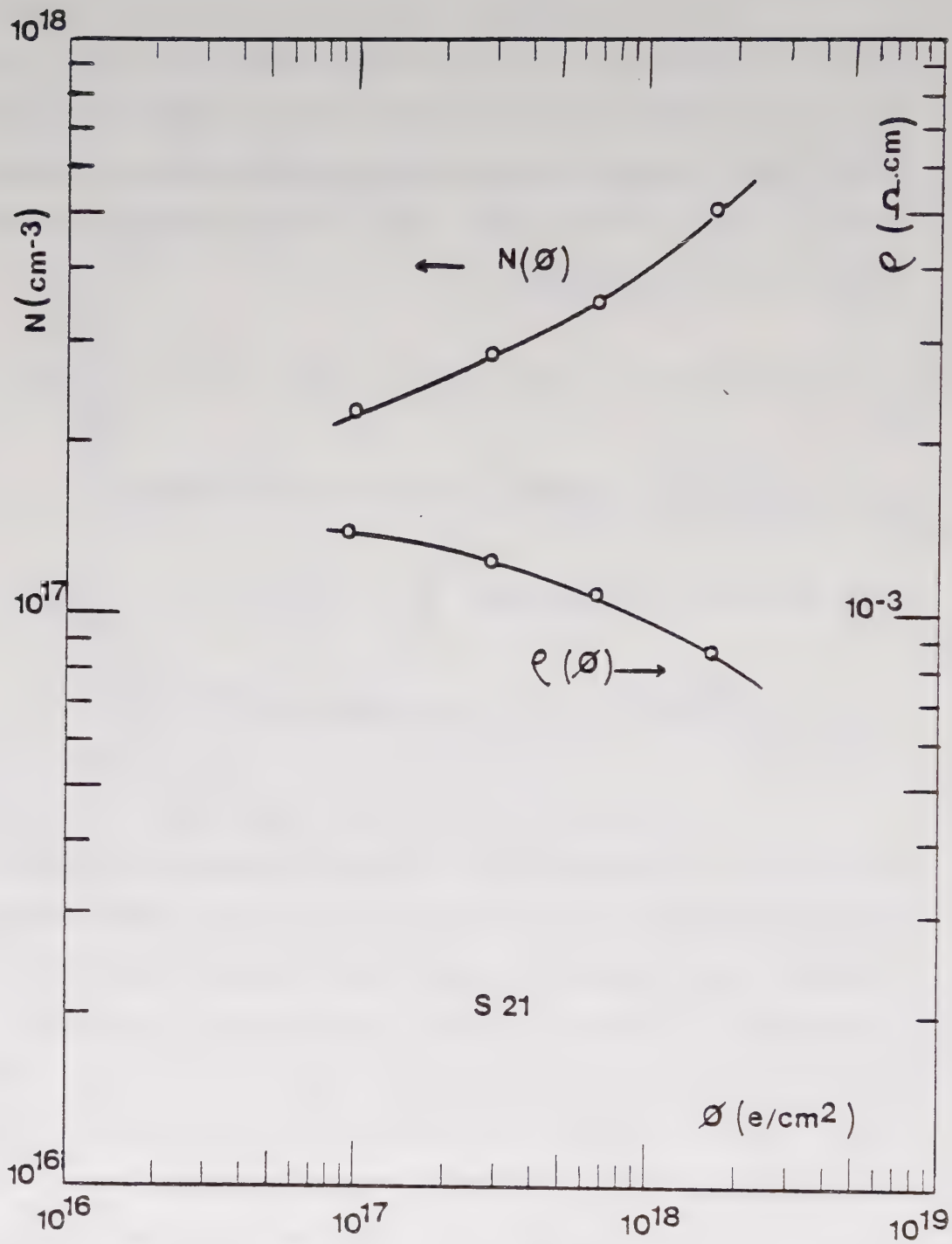

10^{18}
N (cm-3)
ρ (Ω.cm)
N(Ø)
ρ (Ø)
10^{17}
10^{-3}
S 21
Ø (e/cm2)
10^{16}
10^{16}
10^{17}
10^{18}
10^{19}

FIG. 14

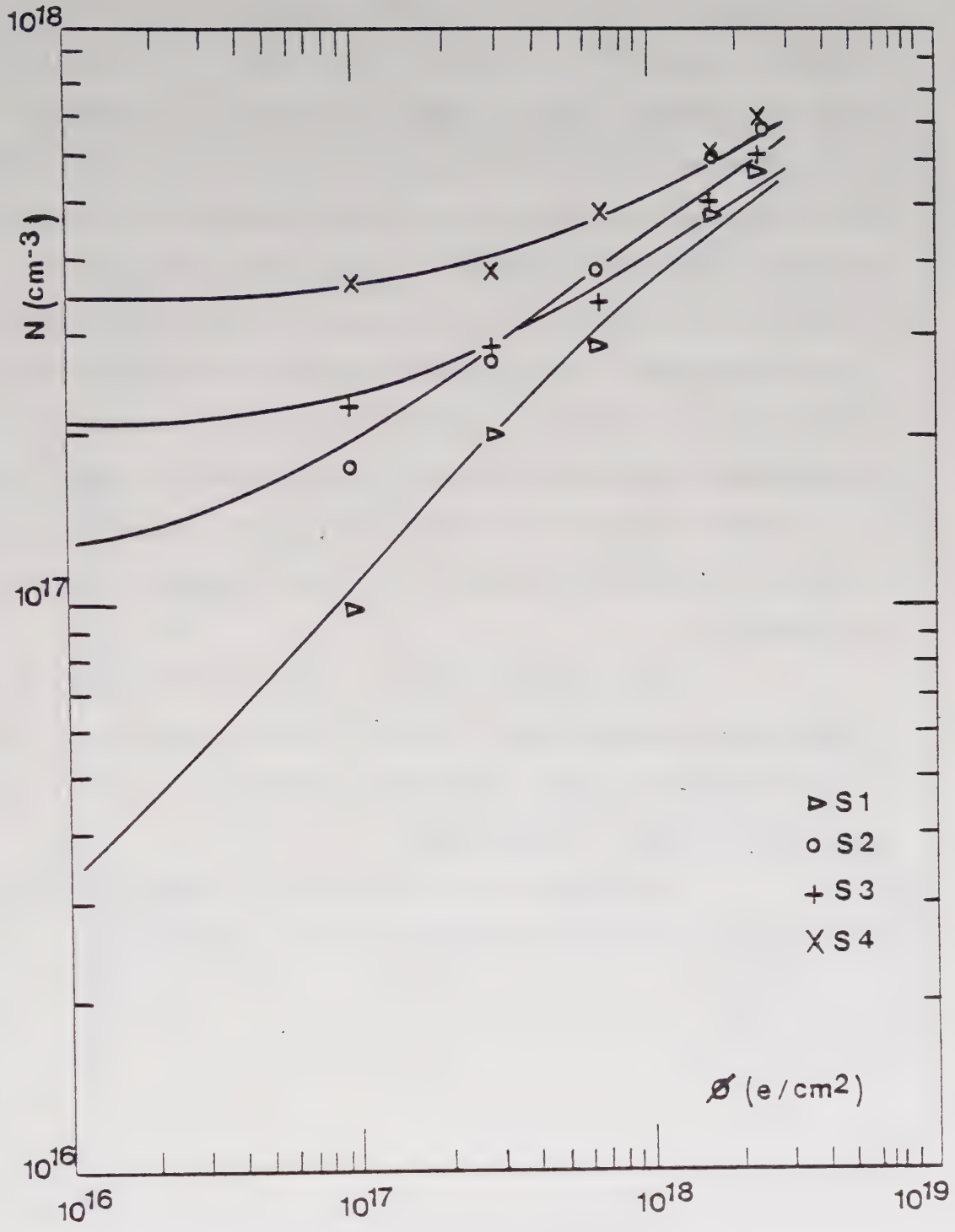


FIG. 15

échantillons d'InAs de type n non dopés, irradiés à 35°C (électrons de 2 et 3 MeV) ont une densité de porteurs qui augmente comme $\phi^{0,5}$. On retrouve une variation similaire avec les échantillons non dopés (S1, fig. 15) irradiés à 0°C. Pour les échantillons dopés au Tellure les variations de la densité des porteurs sont différentes, mais tendent à une forme comparable (en $\phi^{0,5}$) aux fortes doses. De plus aux fortes doses la densité des porteurs de tous les échantillons tend sensiblement vers une même valeur. Ce comportement apparait quand la densité des porteurs due à l'irradiation est notablement supérieure à celle des impuretés, montrant ainsi que l'effet dominant de l'irradiation est indépendant de la présence des impuretés Tellure (Leloup, Ladjemi, Djerassi et Albany).

Par ailleurs l'étude de R_H entre 8 et 300 K, aprés irradiation (Soukiassian et coll., 1976) a montré que les échantillons non dopés deviennent dégénérés ($n \sim 1.10^{17} cm^{-3}$) aux fortes doses d'irradiation.

Les figures 16,17,18 et 19 montrent les résultats obtenus avec différents échantillons de chaque type.

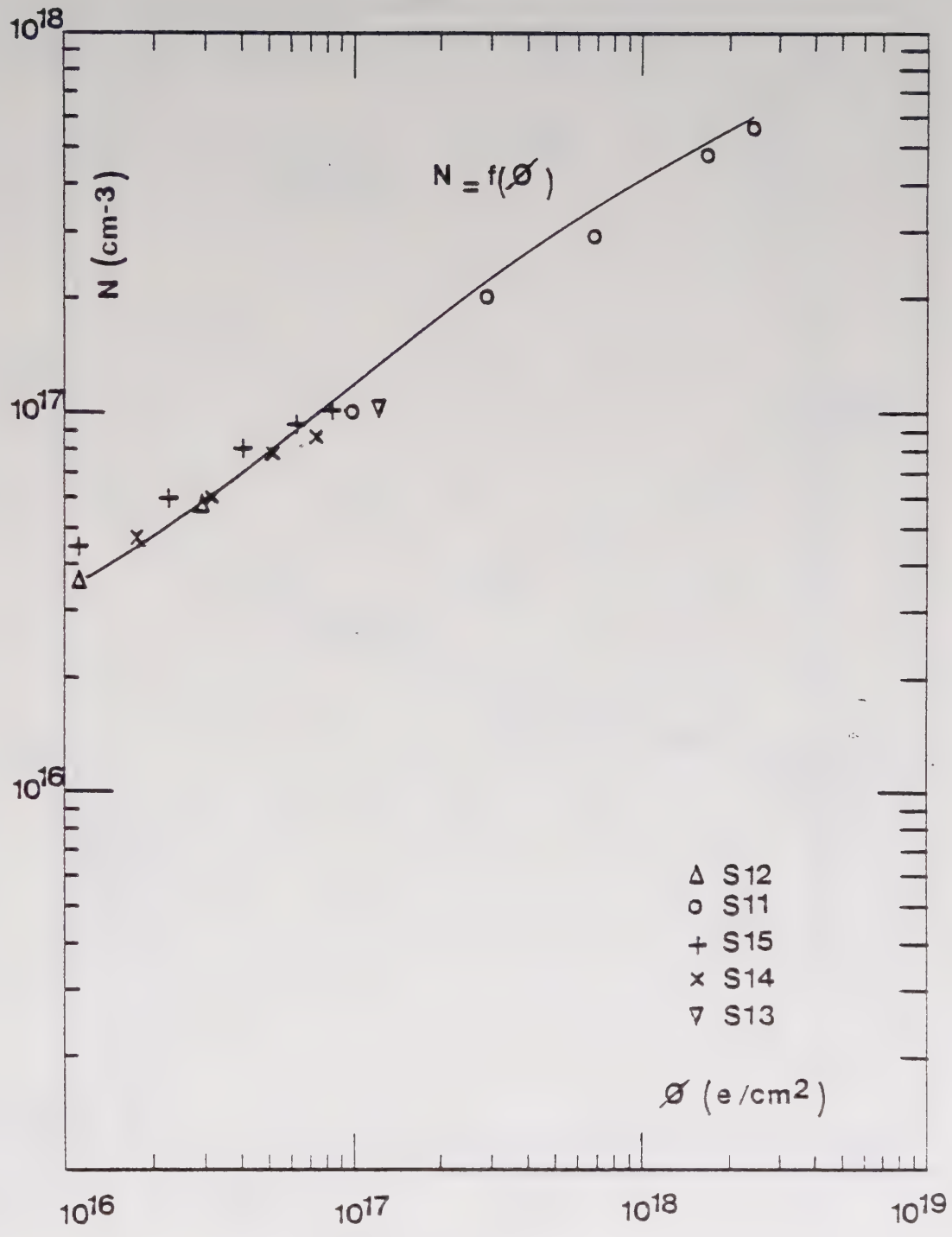

10^{18}
10^{17}
10^{16}
N (cm-3)
N = f(Ø)
Δ S12
o S11
+ S15
× S14
▽ S13
Ø (e/cm²)
10^{16}
10^{17}
10^{18}
10^{19}

FIG.16

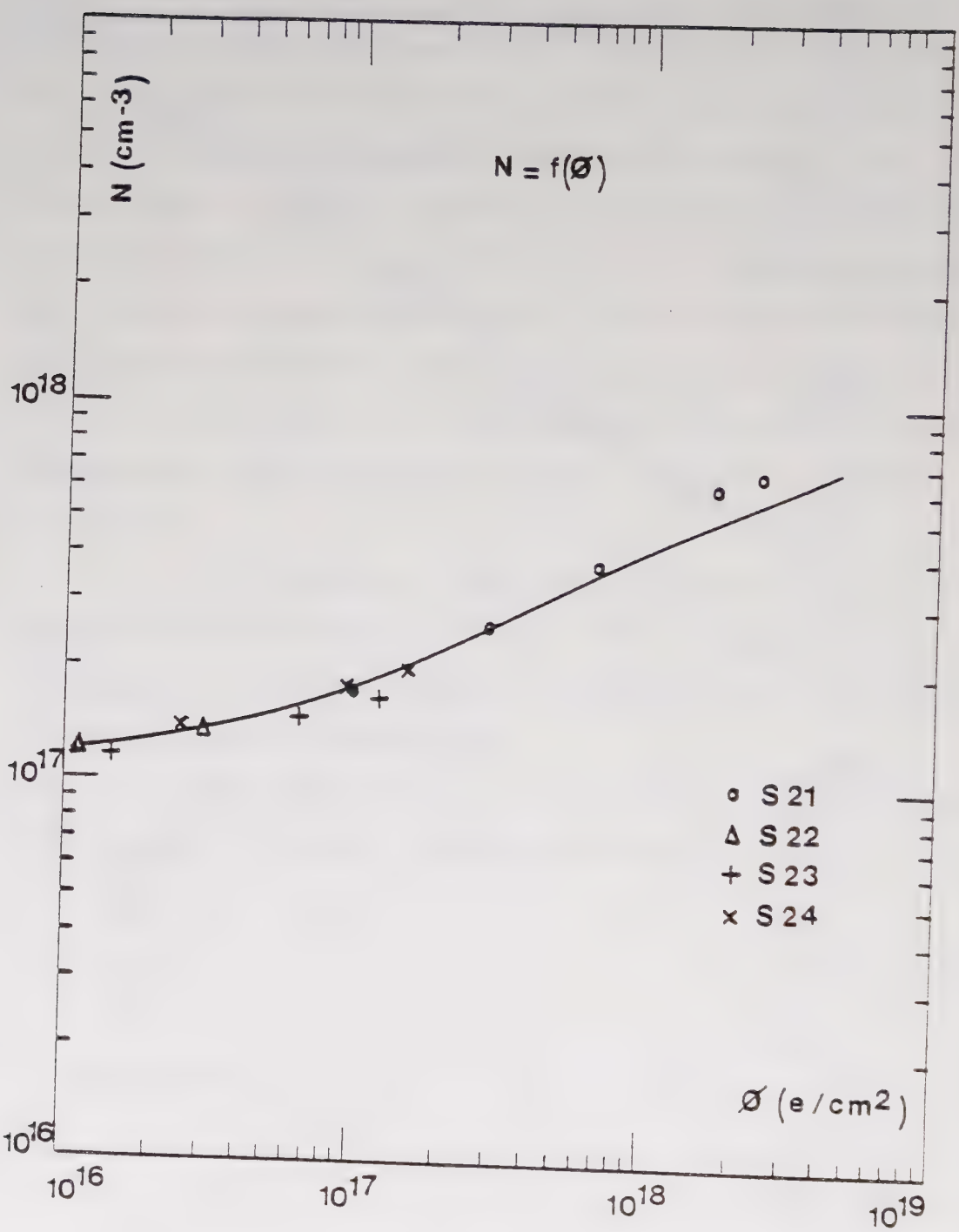

N (cm-3)
N = f(Ø)
10^18
10^17
10^16
10^16
10^17
10^18
10^19
Ø (e/cm2)
S 21
S 22
S 23
S 24

FIG.17

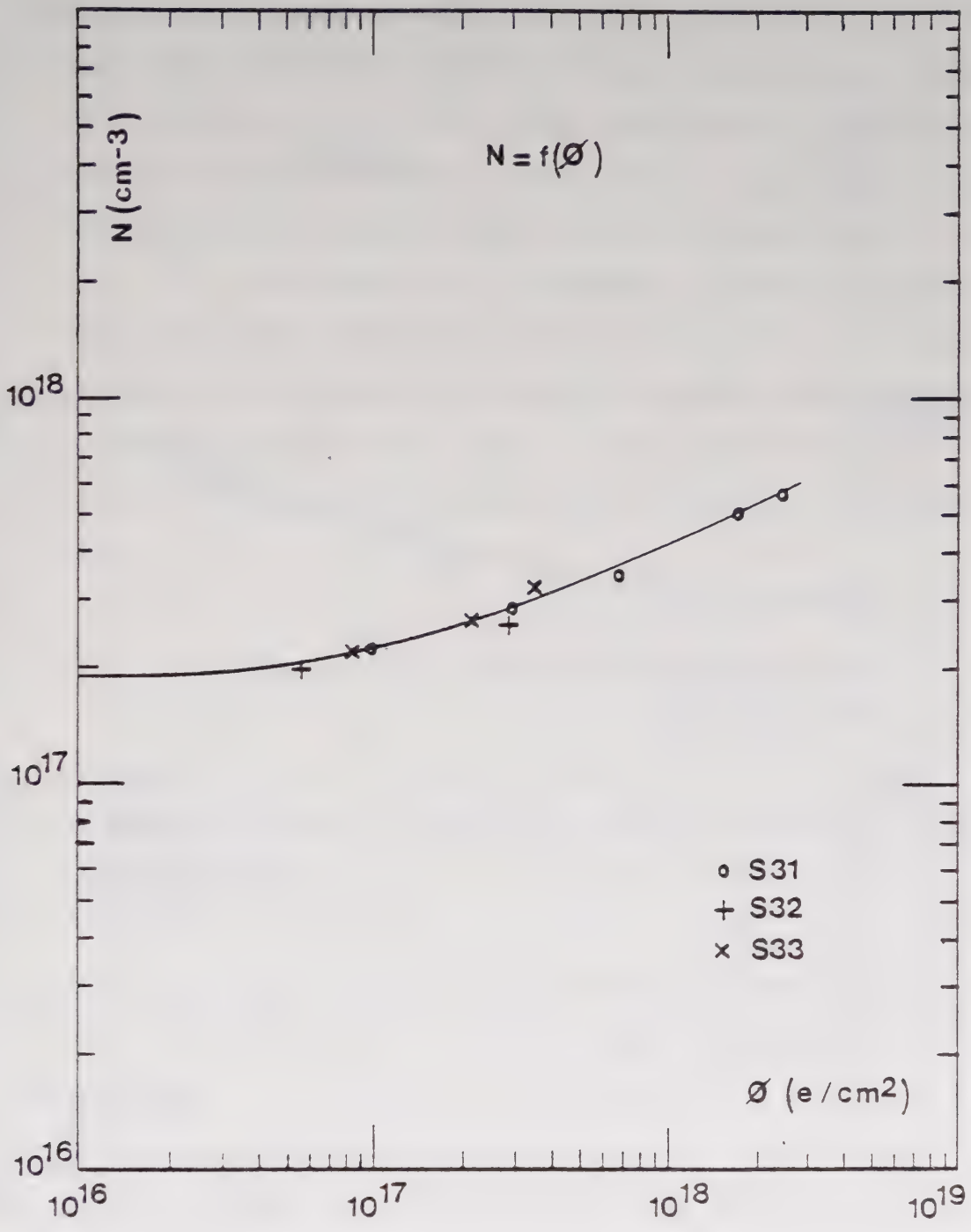

N = f(Ø)
N (cm-3)
10^18
10^17
10^16
10^16
10^17
10^18
10^19
Ø (e/cm2)
o S31
+ S32
× S33

FIG. 18

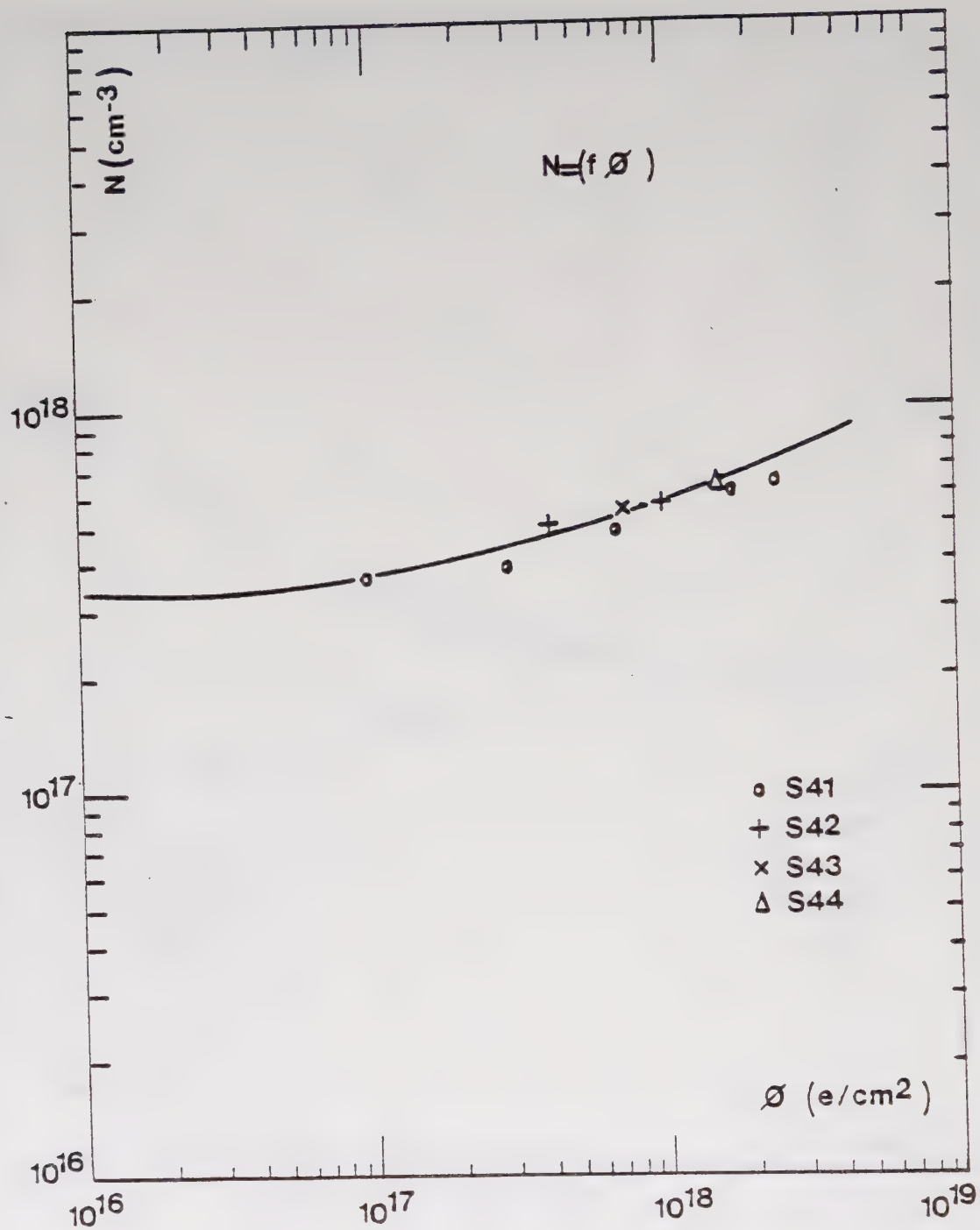

N (cm-3)
N=(f Ø)
10^18
10^17
10^16
10^16
10^17
10^18
10^19
o S41
+ S42
× S43
Δ S44
Ø (e/cm2)

FIG.19

2-4- TAUX D'INTRODUCTION DE DEFAUTS

L'influence du niveau de Fermi sur le taux d'introduction de défauts dans les semi-conducteurs a étè soulignée dans de nombreux travaux (exemple : Bourgoin et Corbett 1975; Naber et coll. 1972). Nous avons cherché à voir si une telle correlation pouvait exister pour l'InAs de type n irradié. Une analyse de nos résultats est efféctuée dans ce sens.

Supposons que l'irradiation introduit une densité totale de défauts N_d proportionnelle au flux $\emptyset$. Nous pouvons assimiler ces défauts à des centres donneurs correspondant à un niveau d'énérgie E_d dans la bande interdite. Dans ce cas nous savons que la densité des centres non ionisés N_{dn} est :

$$N_{dn} = N_d \times \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{E_C - E_d - E_F}{kT}\right)}$$

ce qui nous donne la densité des défauts introduits stables à la température T :

$$\Delta n = N_d - N_{dn} = N_d \times \left(1 - \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{E_C - E_d - E_F}{kT}\right)}\right)$$

soit $$\Delta n = N_d \times \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{E_F + E_d - E_C}{kT}\right)}$$

(Δn étant la densité des défauts introduits par l'irradiation de flux $\emptyset$ et détérminée par la mesure de la densité des porteurs

dans l'échantillon avant et aprés irradiation).

$$\text{or } N_d = C \times \emptyset \quad \text{d'où} \quad \Delta n = \emptyset \times \frac{C}{1 + \exp\left(\frac{E_F + E_d - E_C}{kT}\right)}$$

$$\text{et} \quad \frac{\Delta n}{\emptyset} = C \times \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{E_F + E_d - E_C}{kT}\right)}$$

$\emptyset$ étant le flux électronique qui a introduit Δn défauts stables; dans le cas où des irradiations successives sont effectuées sur un même échantillon, nous appellerons $\Delta \emptyset$ le flux qui produit Δn défauts stables. Ainsi le taux d'introduction de défauts $\Delta n / \Delta \emptyset$ est relié à E_F par :

$$(1) \quad \boxed{\frac{\Delta n}{\Delta \emptyset} = C \times \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{E_F + E_d - E_C}{kT}\right)}}$$

Dans notre cas cette expression se simplifie en prenant E_d=0. En effet dans l'intervalle de densité 2.10^{16}-1.10^{17} cm^{-3} où une bande d'impuretés éxiste, l'énérgie d'activation E_d du défaut est trés petite et décroit de quelques meV à zéro quand le matériau devient dégénéré (Soukiassian et coll. 1977). L'expression (1) devient alors :

$$(2) \qquad \frac{\Delta n}{\Delta \phi} = C \times \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{E_F - E_C}{kT}\right)}$$

Le niveau d'énergie E_F est calculé à partir de n_m (densité de porteurs présente dans l'échantillon) en utilisant une statistique dégénérée, en adoptant une masse effective des électrons dans la bande de conduction (pour l'InAs) $m^* = 0{,}03.m_0$ (Cardona, 1961) et en prenant T = 273 K (température de l'irradiation).

Ainsi le taux d'introduction de défauts $\Delta n / \Delta \phi = (n_{i+1} - n_i) / (\phi_{i+1} - \phi_i)$ est étudié en fonction du niveau de Fermi (n_{i+1} et n_i sont les densités de porteurs mesurées dans l'échantillon aprés les irradiations de flux ϕ_{i+1} et ϕ_i). La densité de porteurs à utiliser pour le calcul de E_F est celle présente dans l'échantillon au moment de l'irradiation. Cette densité sera approchée par $n_m = (n_{i+1} + n_i) / 2$.

La figure 20 montre les variations de $\Delta n / \Delta \phi$ en fonction de n_m pour l'ensemble de nos échantillons. On observe que le taux d'introduction de défauts décroit quand la densité n_m augmente (c'est-à-dire quand le flux électronique augmente). Il est d'environ 2 cm^{-1} quand l'échantillon est faiblement irradié et décroit jusqu'à 7.10^{-2} cm^{-1} aux fortes doses. En effet quand la densité n_m augmente, le niveau de Fermi se rapproche de E_C et, comme l'indique l'expression (2) le taux d'introduction diminue.

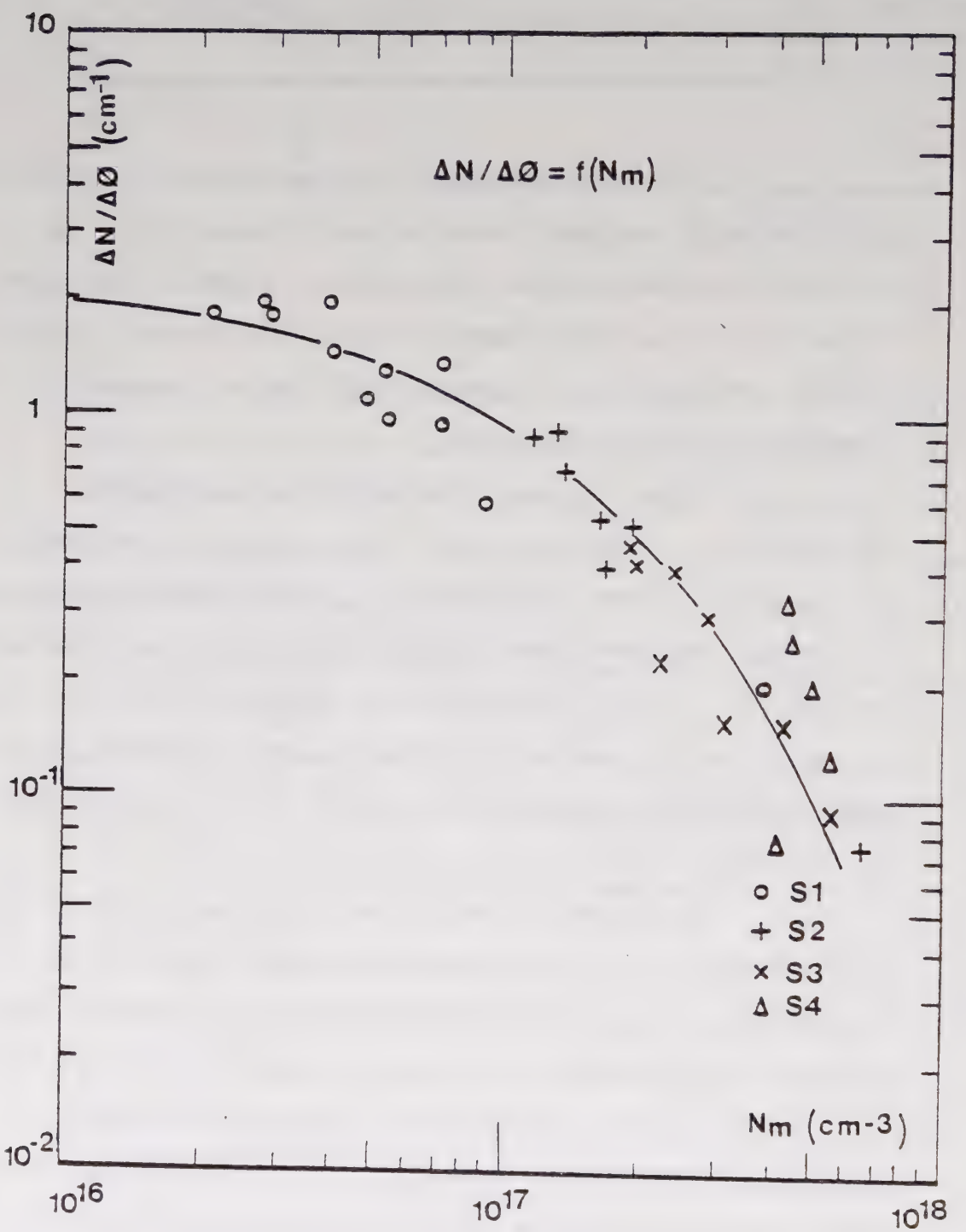

10
1
10^{-1}
10^{-2}
$\Delta N/\Delta \emptyset$ (cm^{-1})
$\Delta N/\Delta \emptyset = f(Nm)$
o S1
+ S2
× S3
Δ S4
Nm (cm-3)
10^{16}
10^{17}
10^{18}

FIG. 20

La courbe tracée sur la figure 20 a étè calculée selon l'expression (2) en prenant $C = 1,8\ cm^{-1}$. En effet cette valeur de C nous donne la meilleure courbe qui s'ajuste aux données éxpérimentales.

Sur la figure 20 nous avons porté les résultats concernant les quatre types d'échantillons. Si nous traçons $\Delta n / \Delta \emptyset = f(n_m)$ pour chaque type séparemment (S1, S2, S3 ou S4) nous obtenons des valeurs de la constante ajustable C légérement différentes. On trouve $C_1 = C_3 = 1,6\ cm^{-1}$ pour S1 et S3 et $C_2 = C_4 = 2,5\ cm^{-1}$ pour S2 et S4. Ainsi la valeur $C = 1,8\ cm^{-1}$ est une valeur moyenne donnant une courbe qui s'ajuste à tous les points expérimentaux.

Ainsi nous avons approché nos points expérimentaux par des courbes calculées (selon l'expression (2)) et ceci pour chaque type d'échantillon. Ce modéle nous permet également de calculer les courbes $n = f(\emptyset)$. En effet si on fixe n_m on peut calculer $\Delta n/\Delta \emptyset$. Pour une premiére irradiation $n_m = (n_1 + n_0) / 2$, (n_0 densité avant irradiation, n_1 densité aprés irradiation de flux $\emptyset_1$) et si n_m est fixé, nous avons la valeur de n_1. D'autre part connaissant la valeur de $\Delta n/\Delta \emptyset = (n_1 - n_0) / (\emptyset_1 - 0)$, on peut aisément déduire la valeur de $\emptyset_1$; et nous avons ainsi le couple $(\emptyset_1 , n_1)$. Une deuxiéme valeur fixée de $n_m = (n_2 + n_1) / 2$ nous donne la valeur de n_2, et permet de calculer la valeur du taux $\Delta n / \Delta \emptyset = (n_2 - n_1) / (\emptyset_2 - \emptyset_1)$ et par suite d'avoir la valeur de $\emptyset_2$, d'où le deuxiéme couple $(\emptyset_2 , n_2)$ et ainsi de suite.

On peut donc calculer pour chaque échantillon la courbe $n = f(\emptyset)$, pour ceci il suffit de connaitre n_0 et la valeur de C qui donne la courbe $\Delta n / \Delta \emptyset = f(n_m)$

qui s'ajuste aux points expérimentaux.

Ainsi les courbes tracées sur la figure 15 sont calculées selon ce procédé puisque nous avons les résultats concernant un seul échantillon de chaque type. Quant aux courbes tracées sur les figures 16, 17, 18 et 19, où les résultats portés concernent tous les échantillons de chaque type, elles sont calculées en utilisant une densité initiale de porteurs moyenne.

Nous remarquons que l'accord entre les courbes calculées $n = f (\emptyset)$ et les points expérimentaux est satisfaisant et que le modéle décrit par l'expression (2), concernant le taux d'introduction de défauts, s'adapte d'une maniére trés satisfaisante à notre cas.

2-5- RECUITS DES ECHANTILLONS

Dans le but d'étudier la guérison des défauts introduits par l'irradiation, les échantillons irradiés ont fait l'objet d'expériences de recuits isochrones à des températures comprises entre 20 et 500°C (tous les 25 ou 50°C). La durée des recuits est de 20 minutes.

Les variations de la densité des porteurs (diminution) et de la résistivité électrique (augmentation) en fonction de la température de recuit, montrent que l'échantillon tend à retrouver ses caractéristiques initiales (avant irradiation). Une guérison des défauts introduits par l'irradiation a donc lieu dans l'intervalle de température 20-500°C.

L'étude des courbes de guérison montre l'existence de trois étapes de recuit, appelées A_1, A_2 et A_3, situées respectivement entre 20 et 100°C, 100 et 200°C et 200 et 450°C. La figure 21 montre les variations, en fonction de la température de recuit T, de la fraction non recuite de défauts $f = (n(T) - n_0) / (n_i - n_0)$ dans laquelle

- $n(T)$ est la densité de porteurs obtenue aprés le recuit à T
- n_0 est la densité avant irradiation
- n_i est la densité aprés irradiation et avant tout recuit

La courbe (1) de la figure 21 montre les résultats des recuits entre 25 et 250°C d'un échantillon S1 (non dopé) et faiblement irradié ($n_0 = 2.10^{16}$ cm^{-3} et $n_i = 1.10^{17}$ cm^{-3}). Nous observons qu'à environ 250°C, la fraction non recuite de défauts n'est plus que de 15-20%. D'autre part nous remarquons l'existence de deux étapes de recuit A_1 et A_2 centrées respectivement à environ 50 et 140°C. La premiére étape A_1 a été rapprochée de celle observée à 330 K par Lindsay et Banbury

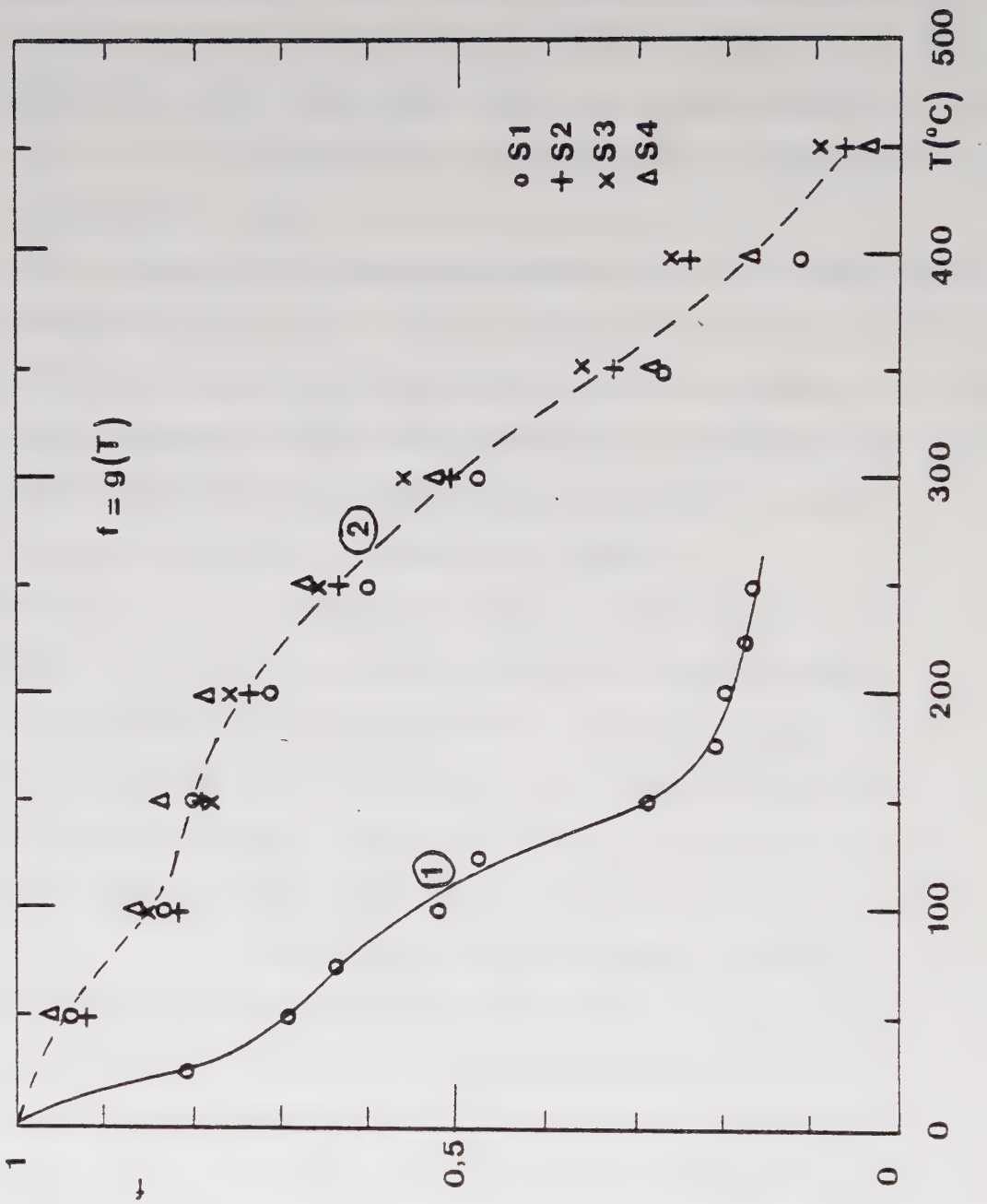


FIG. 21

aprés irradiation à 80 K; quant à la deuxiéme étape elle a étè signalée par Soukiassian. Par ailleurs le recouvrement des deux étapes de recuit autour de 100°C, nous empéche de séparer raisonnablement ces deux étapes. Des résultats analogues sont obtenus pour un échantillon S2 irradié et recuit dans les mêmes conditions ($n_0 = 1,2.10^{17}$ cm^{-3} et $n_i = 1,5.10^{17}$ cm^{-3}).

La courbe n°2 de la figure 21 montre les résultats des différents recuits, entre 50 et 450°C, effectués sur quatre échantillons fortement irradiés (Ø de l'ordre de $2,4.10^{18}$ e/cm^2). La figure montre que les résultats sont analogues quelque soit l'origine de l'échantillon (dopé ou non dopé) ce qui confirme que les défauts de l'irradiation sont d'origine intrinséque et que le dopage ne joue pratiquement aucun rôle significatif dans la production ou la guérison des défauts introduits par l'irradiation. La presque totalité des défauts introduits disparait aprés le recuit à 450°C et la fraction non recuite n'est plus que d'environ 5-10%. Dans ce cas outre les deux étapes A_1 et A_2, apparait un large domaine de recuit s'étendant de 200 à 450°C et que nous appelons l'étape A_3. Tous les échantillons irradiés ont fait l'objet de telles expériences de recuit et les résultats obtenus sont analogues à ceux de la figure 21.

Par ailleurs en analysant les courbes de recuit on observe que l'étape A_3 prend de plus en plus d'importance quand nous augmentons le flux électronique.

Nous avons essayé d'analyser quantitativement cette observation. C'est ainsi que nous avons porté sur les figures 22 et 23 les variations des densités des centres $n (A_1 + A_2)$ et $n (A_3)$.

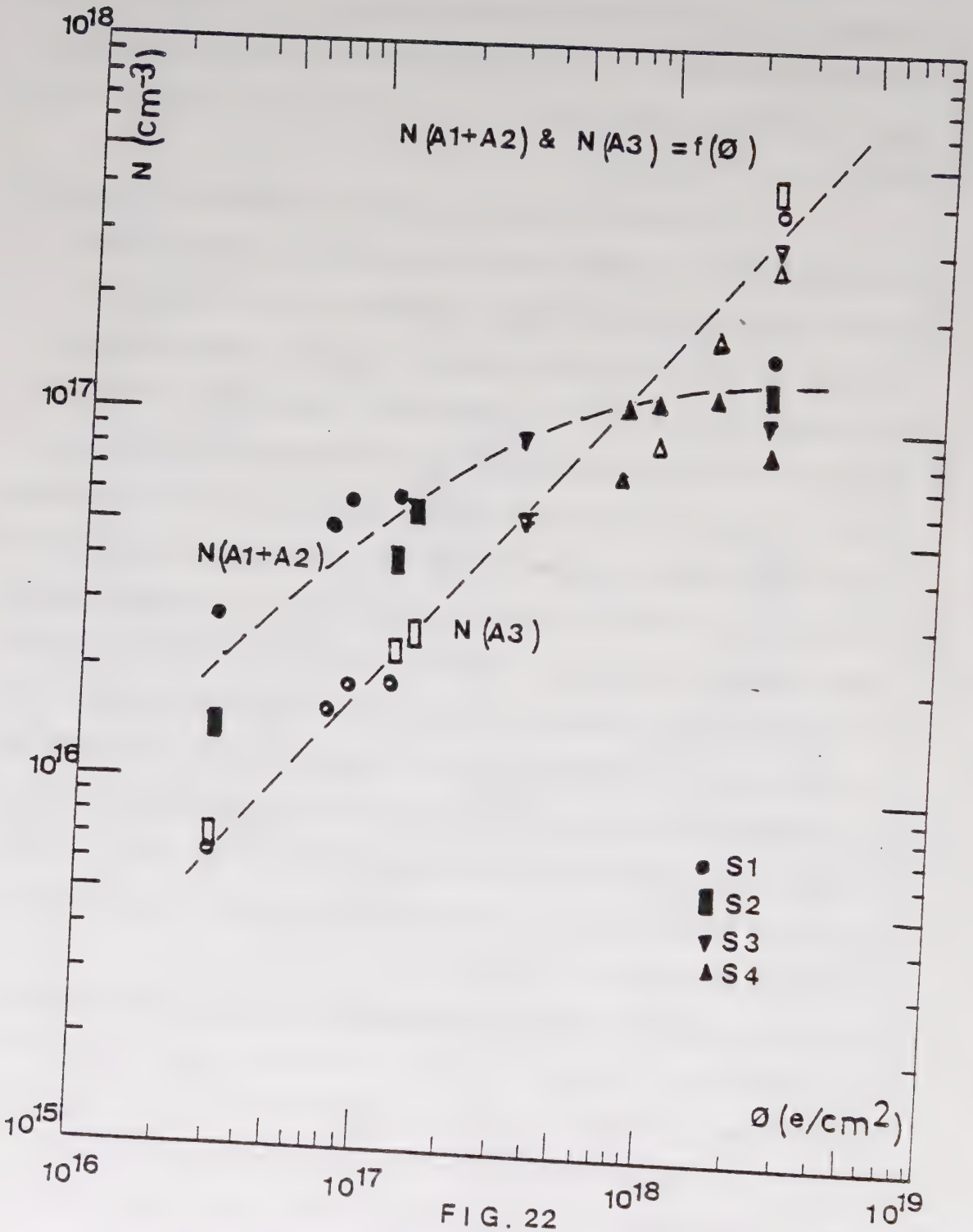

N (cm⁻³)
N (A1+A2) & N (A3) = f (Ø)
N(A1+A2)
N (A3)
S1
S2
S3
S4
Ø (e/cm²)
10¹⁸
10¹⁷
10¹⁶
10¹⁵
10¹⁶
10¹⁷
10¹⁸
10¹⁹

FIG. 22

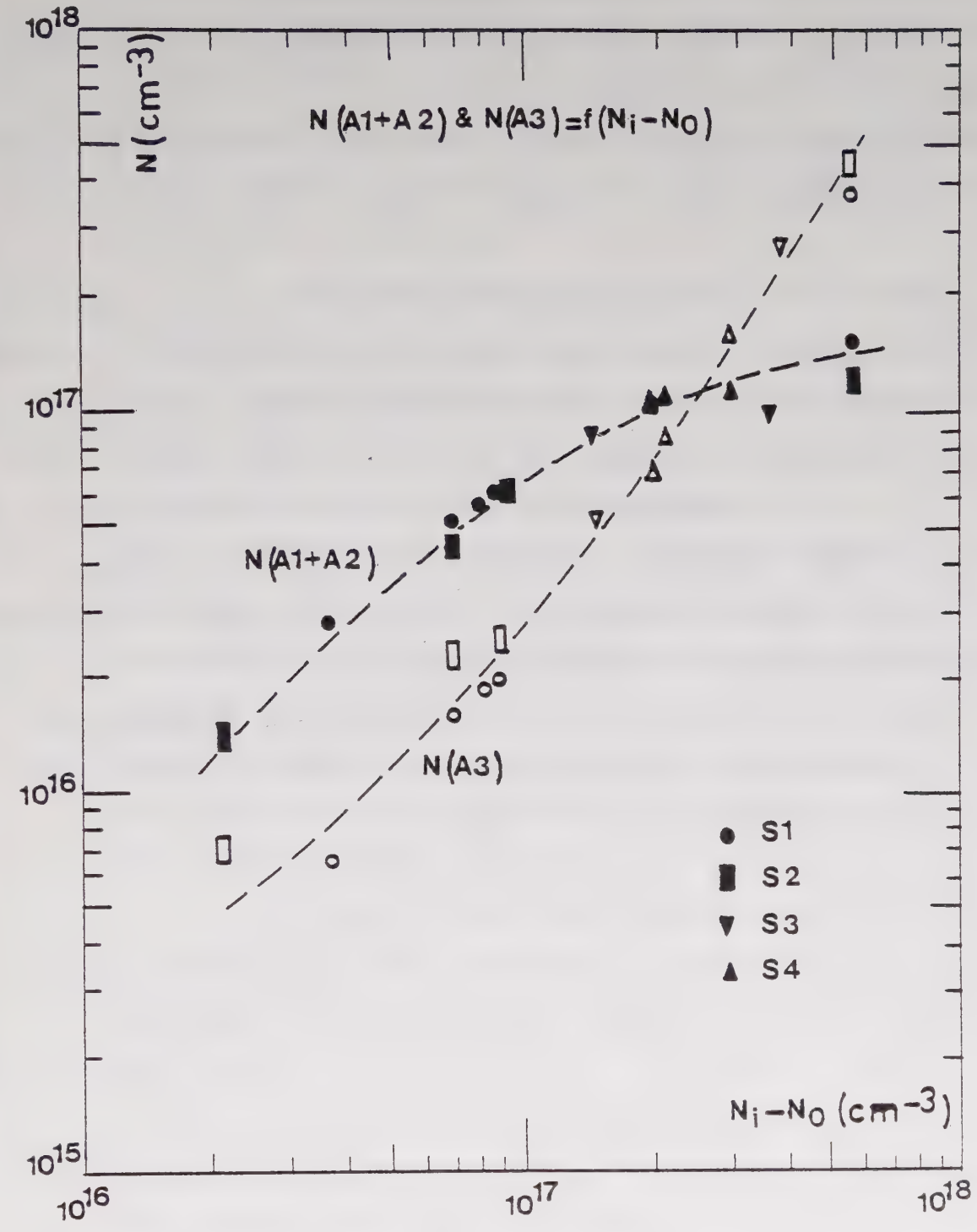

N (A1+A 2) & N(A3) = f (Ni − No)
N (cm⁻³)
N(A1+A2)
N(A3)
S1
S2
S3
S4
Ni − No (cm⁻³)
10¹⁸
10¹⁷
10¹⁶
10¹⁵
10¹⁶
10¹⁷
10¹⁸

FIG. 23

- $n\ (A_1 + A_2)$ représente la densité des centres introduits par l'irradiation et qui disparaissent aprés la double étape de recuit $A_1 + A_2$.
- $n\ (A_3)$ représente ceux qui disparaissent aprés l'étape de recuit A_3 .

La somme $n\ (A_1+A_2) + n(A_3)$ représente la totalité des centres introduits , soit $n(A_1+A_2) + n(A_3) = n = n_1 - n_0$.

Les variations de $n(A_1+A_2)$ et de $n(A_3)$ sont étudiées en fonction du flux électronique $\emptyset$ et en fonction de la densité totale des centres introduits. Chaque couple ($n(A_1+A_2)$,$n(A_3)$) correspond à un échantillon irradié et recuit jusqu'à 500°C.

Les figures 22 et 23 montrent que bien que $n(A_1+A_2)$ et $n(A_3)$ augmentent en fonction du flux $\emptyset$ et en fonction de n, $n(A_3)$ devient plus important que $n(A_1+A_2)$ quand le flux atteint environ $7\text{-}8.10^{17}$ e/cm^2 et quand n atteint $2\text{-}3.10^{17}$ cm^{-3} et que dans le domaine des flux utilisés, $n(A_3)$ augmente plus rapidement que $n(A_1+A_2)$ qui semble se saturer à haute dose ($\emptyset$ de l'ordre de 1.10^{18} e/cm^2).

2-6- CENTRES DONNEURS INDUITS PAR LE TRAITEMENT THERMIQUE

Au cours du traitement thermique des échantillons irradiés (dopés au Tellure et non dopés) nous avons observé, qu'au delà d'une certaine température T_r et jusqu'au dernier recuit à 500°C, la densité des porteurs augmentait au lieu de continuer à décroitre.

La température d'apparition de ce phénoméne d'"anti-recuit" est d'autant plus grande que le flux électronique est grand c'est-à-dire que la densité des porteurs ou la densité des centres donneurs créés est grande. C'est ainsi que l'apparition de ce phénoméne ou l'augmentation de n a lieu vers 250°C pour les échantillons faiblement irradiés et vers 450°C pour les échantillons fortement irradiés (fig. 24). Cette augmentation de n apparait comme résultant de l'introduction de nouveaux centres donneurs D_t induits par le traitement thermique d'autant plus que nous avons vérifié que ce phénoméne n'est pas spécifique aux échantillons irradiés, et qu'il a lieu dans les échantillons non irradiés.

Ainsi le taux d'introduction thermique des centres D_t donnera lieu à une augmentation "perceptible" de n à d'autant plus basse température que la densité initiale de porteurs est plus faible.

Pour préciser ce phénoméne, nous avons fait subir le même traitement thermique aux échantillons non irradiés. Dans ces derniers n est pratiquement constant jusqu'à 200°C mais n augmente aprés les recuits effectués à des températures supérieures à 200°C. Des observations analogues ont été faites sur l'InAs (non irradié) ayant subi des traitements

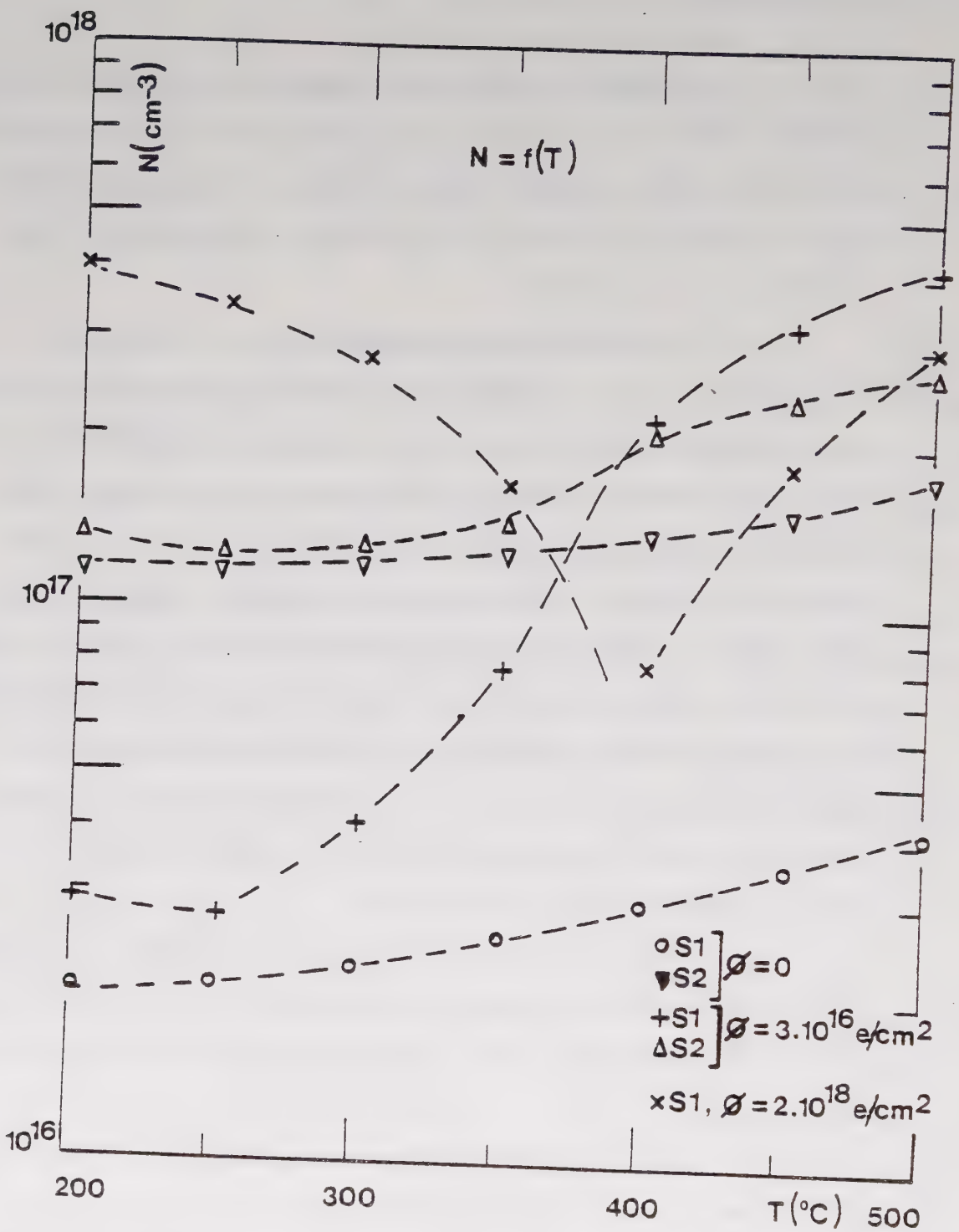

10^{18}
N(cm^{-3})
N = f(T)
10^{17}
10^{16}
200
300
400
T(°C)
500
o S1
▼S2
Ø = 0
+S1
ΔS2
Ø = 3.10^{16} e/cm2
×S1, Ø = 2.10^{18} e/cm2

FIG. 24

thermiques (Dixon 1958 et 1959; Dixon et Enright, 1959; Hilsum, 1959; Edmond et Hilsum, 1960; Karataev et coll., 1977). Ces auteurs ont suggéré que ces centres induits thermiquement proviennent de diffusion d'impuretés internes (selon certains) ou externes (selon d'autres). D'autre part nous avons essayé de reprendre le traitement thermique depuis la température ambiante d'un échantillon déjà recuit jusqu'à 500°C, afin de voir si les centres D_t guérissent à leur tour. En effet entre la température ambiante et 250°C la densité des porteurs décroit mais croit de nouveau à partir de 250°C. Nous constatons ainsi que le phénoméne est réversible et serait donc trés probablement dû à des défauts ou à des impuretés internes. Par ailleurs si nous comparons l'amplitude du phénoméne entre échantillons irradiés et échantillons non irradiés (fig. 24), on trouve que le phénoméne est plus important (en amplitude) dans les échantillons irradiés; ce qui signifierait que l'irradiation favorise la création des centres D_t. D'autre part (fig. 25) l'énérgie d'activation correspondant à la production des centres D_t, peut être déduite à partir de $n - n_0 = f(1/T)$; elle est d'environ 0,6 eV aussi bien pour les échantillons irradiés que non irradiés (dopés ou non dopés). Cependant il semble que la création des centres D_t est moins importante lorsque l'échantillon est fortement irradié; ce dernier point pourrait éventuellement être éxpliqué en recherchant une correlation entre la production des centres D_t et la présence des centres du type A_3

Si nous supposons que l'irradiation à 0°C introduit, en plus des centres actifs A_1, A_2 et A_3, des centres neutres D_x qui favorisent la production des centres donneurs

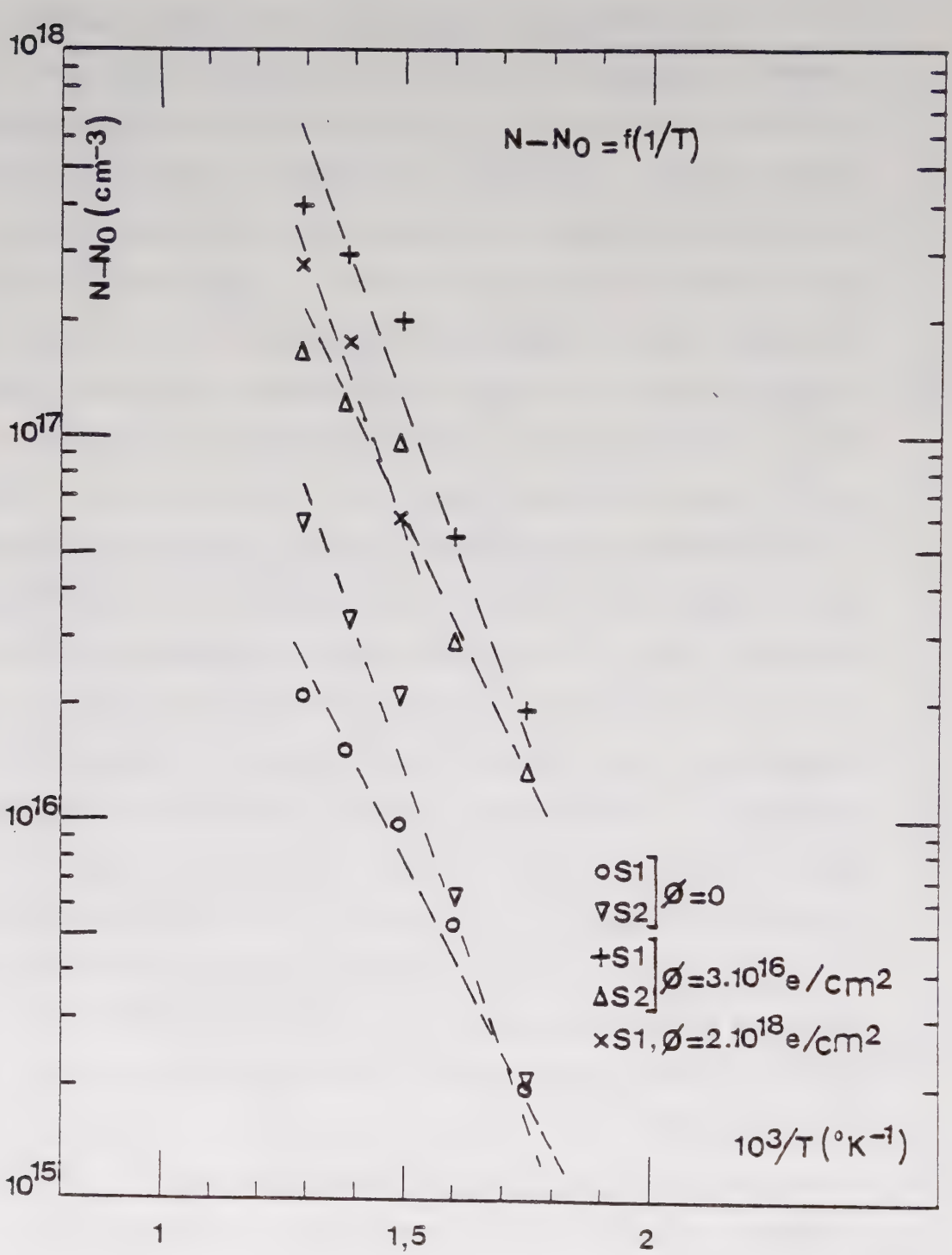

10^{18}
10^{17}
10^{16}
10^{15}
N−N₀ (cm⁻³)
N−N₀ = f(1/T)
oS1
▽S2
Ø=0
+S1
ΔS2
Ø=3.10¹⁶e/cm²
×S1, Ø=2.10¹⁸e/cm²
10³/T (°K⁻¹)
1
1,5
2

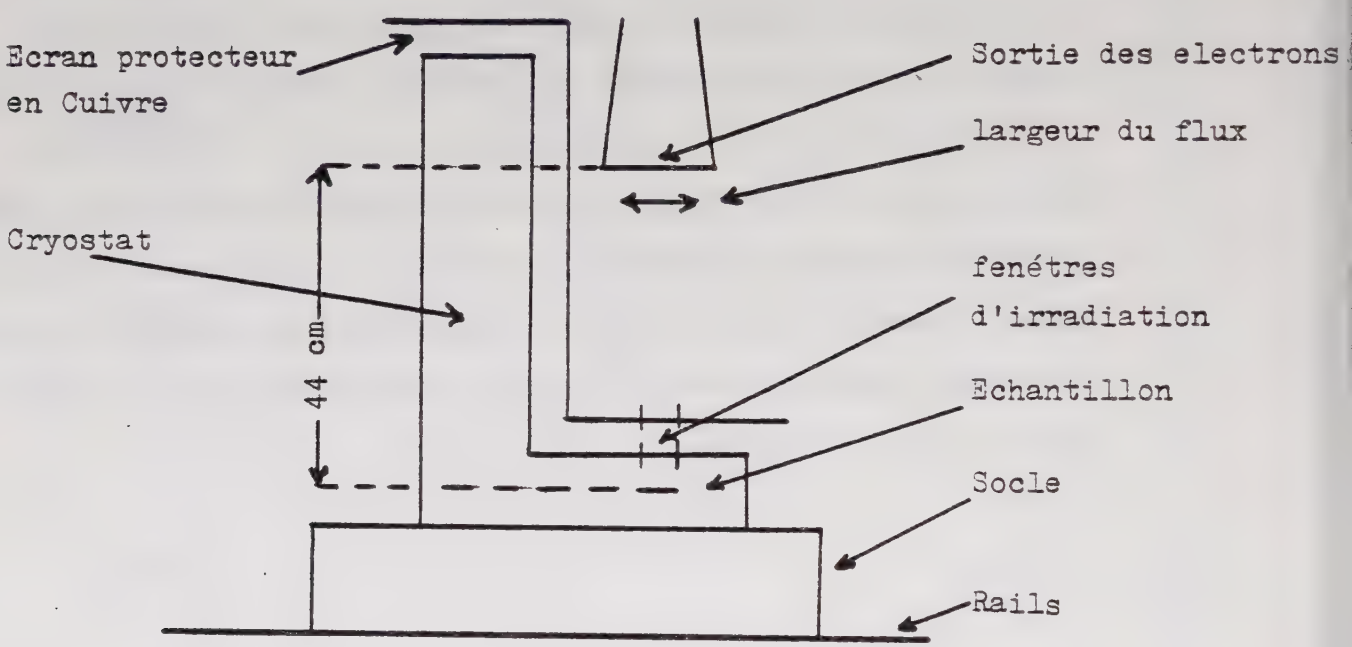
FIG. 25

D_t, nous pouvons expliquer pourquoi la densité des centres D_t est plus importante dans les échantillons irradiés que dans les échantillons non irradiés. Ou bien ce sont ces centres D_x eux-mêmes qui sont activés thermiquement et donnent lieu à des centres D_t, mais ces centres D_x doivent être de même nature que les centres déjà éxistants dans le matériau et qui donnent lieu à des centres D_t en dehors de l'irradiation. Enfin si de plus nous supposons que le mécanisme de production des centres du type A_3 utilise une fraction des centres D_x (en les piégeant par exemple) nous pouvons expliquer pourquoi dans les échantillons fortement irradiés la densité des centres D_t est moins importante que dans les échantillons faiblement irradiés, et que dans le cas des échantillons fortement irradiés seule la fraction des centres D_x non utilisée (non piégée) est activée thermiquement pour donner lieu à des centres D_t.

3- IRRADIATIONS A BASSE TEMPERATURE

3-1- RAPPEL DES CONDITIONS EXPERIMENTALES

Comme nous l'avons indiqué plus haut (§ 9-2-3), la position du cryostat, par rapport à la source de rayonnement, est la suivante :



Cette position a étè rechérchée en tenant compte de trois exigences :

- position facilement repérable pour la reproductibilité des conditions géométriques de l'expérience ,
- position relativement rapprochée de la fenétre de sortie des electrons permettant d'avoir des irradiations efficaces avec des temps d'exposition courts,
- position compatible avec les performances thermiques du cryostat; puissance dissipée inférieure à 1 Watt.

Dans cette position l'échantillon est perpendiculaire

au sens de balayage du flux et il se trouve au centre du champ d'electrons (afin de réduire l'imprécision du flux d'electrons

Pendant l'irradiation deux précautions ont étè prises pour éviter un échauffement de la paroi extérieure du cryostat. Un écran protecteur couvre la partie du cryostat qui est exposée au flux d'electrons. Il est en Cuivre et son épaisseur est de 5 mm. De plus autour de la fente, pratiquée dans cet écran (pour le passage des electrons) un jet d'Azote est envoyé. Ainsi nous évitons un échauffement excessif de la paroi extérieure du cryostat quand celui-ci est soumis au flux d'electrons.

Nous rappelons également, que dans cette position l'échantillon se trouve à 44 cm de la fenétre de sortie des electrons, que le courant d'electrons a étè fixé à 200 μA et que le balayage du flux a étè réduit à 50%. Dans ces conditions, le flux instantané d'electrons (qui a étè maintenu constant au cours de toutes les expériences) est de $8,6.10^{11}$ $ecm^{-2}s^{-1}$ soit $\emptyset_i = 5,16.10^{13}$ $e/cm^2/mn$ (unité plus pratique puisque les temps d'exposition sont évalués en minutes). Avec ce flux instantané, la température de l'échantillon se stabilise à 20 K sous irradiation et décroit jusqu'à 4,2 K (ou à une température inférieure) dés que le flux d'electrons est coupé.

3-2- ECHANTILLONS UTILISES

3-2-1- LES ECHANTILLONS

Dans cette partie de l'étude (irradiations à basse température) nous nous sommes limités aux échantillons d'InAs de type n non dopés (S1). La densité apparente de porteurs et la résistivité électrique, mesurées à 300 K, sont respectivement de l'ordre de 2.10^{16} cm^{-3} et $1,5.10^{-2}\Omega$cm. Les échantillons sont de forme parallélipipédique dont l'épaisseur est d'environ 1 mm. La figure 26 montre les variations (avant irradiation) du coefficient de Hall (R_H) et de la résistivité électrique (ρ) en fonction de l'inverse de la température (entre 6 et 300 K). Le maximum dans $R_H(1/T)$ et le changement de pente dans $\rho(1/T)$ sont caractéristiques d'une conduction par une bande d'impuretés.

CARACTERISTIQUES DES ECHANTILLONS AVANT IRRADIATION

Echantillon	T (°K)	n (cm^{-3})	ρ (Ωcm)	μ ($cm^2/V/s$)
S 11	300	$2,2.10^{16}$	$1,47.10^{-2}$	$1,94.10^{4}$
	20	$2,08.10^{16}$	$1,72.10^{-2}$	$1,74.10^{4}$
S 12	300	$2,02.10^{16}$	$1,42.10^{-2}$	$2,18.10^{4}$
	20	$1,85.10^{16}$	$1,57.10^{-2}$	$2,15.10^{4}$
S 13	300	$2,08.10^{16}$	$1,17.10^{-2}$	$2,56.10^{4}$
	20	$2,02.10^{16}$	$1,5.10^{-2}$	$2,06.10^{4}$

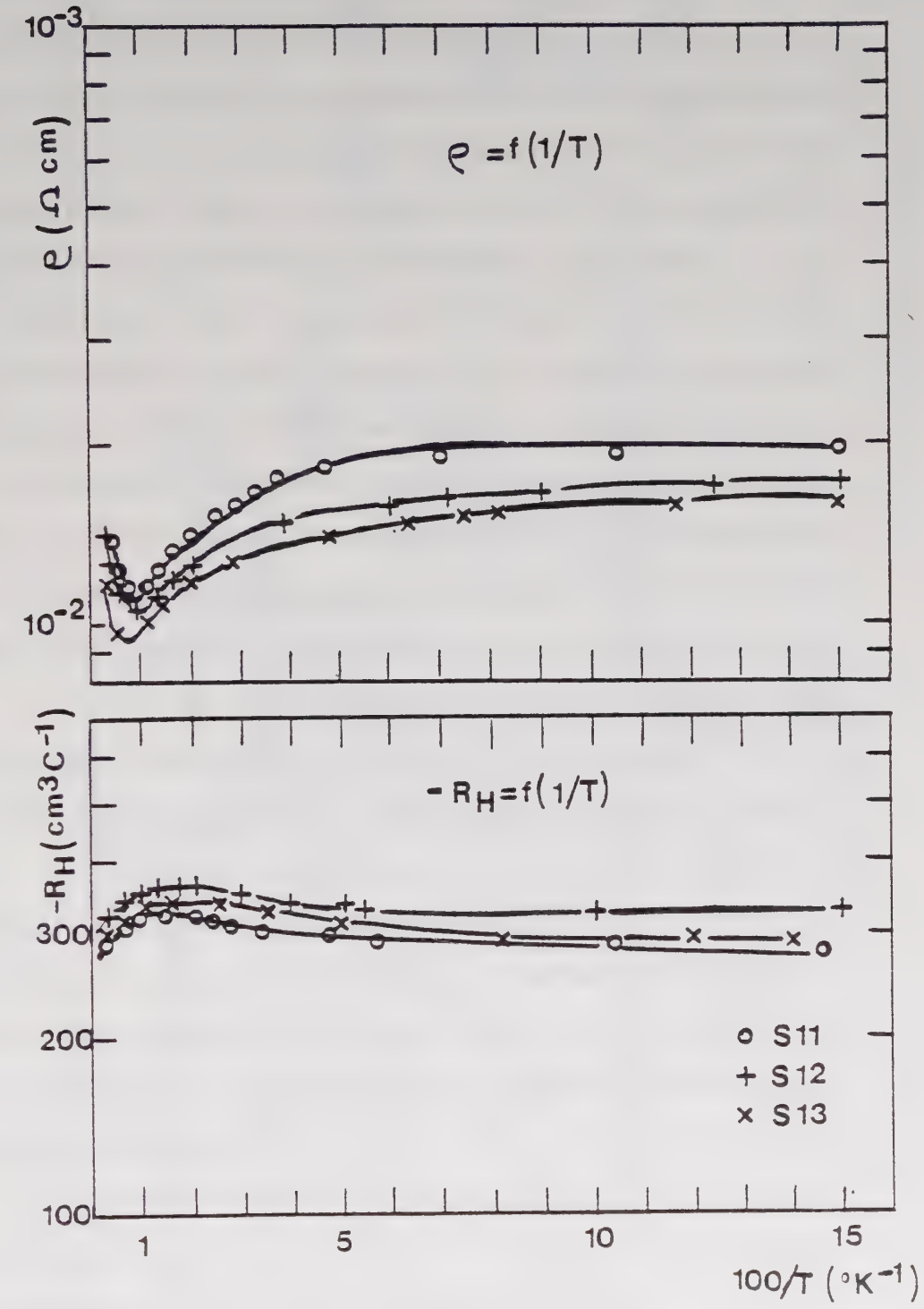

10⁻³
ρ (Ω cm)
ρ = f(1/T)
10⁻²
-R_H (cm³C⁻¹)
- R_H = f(1/T)
300
200
100
o S11
+ S12
× S13
1
5
10
15
100/T (°K⁻¹)

FIG. 26

3-2-2- LES ECHANTILLONS ET LE FLUX D'ELECTRONS

Avant d'irradier les échantillons, il faut s'assurer de la position de ceux-ci par rapport au flux d'electrons. En effet les electrons traversent plusieurs fentes et fenétres avant d'atteindre l'échantillon, et il est nécessaire que celui-ci se trouve bien sur le trajet des electrons.

En ce qui concerne l'alignement des fentes et fenétres, ceci est vérifié en remontant les accessoires. En retirant la fenétre en Aluminium (sur le couvercle du vide d'isolement), nous pouvons nous assurer de la qualité de l'assemblage, puisqu'on peut directement observer (fig.27) la fenétre en acier inoxydable(épaisseur 5/100 mm) limitant l'enceinte expérimentale. Ainsi la seule précaution qui reste à prendre est la position de l'échantillon par rapport à la fenétre en acier inoxydable.

La figure n°27 montre le shéma de l'enceinte expérimentale et de la partie des accessoires, qui l'entoure et se trouvant sur le trajet des electrons.

La canne porte-échantillon coulisse à l'intérieur de l'ensemble porte-thermostat. L'étanchéité est assurée par un embout métallique et un joint torique, qui se fixent sur l'ensemble porte-thermostat par l'intermédiaire de la bride B. D'autre part, l'ensemble-thermostat-échantillon coulisse à l'intérieur de l'enceinte expérimentale et la fixation se fait avec la bride A. Les fils electriques (manganin isolé) de l'échantillon, de la résistance chauffante et des différents thermométres arrivent sur les prises Lémo à passage étanche.

Quand l'ensemble est remonté il faut que l'axe

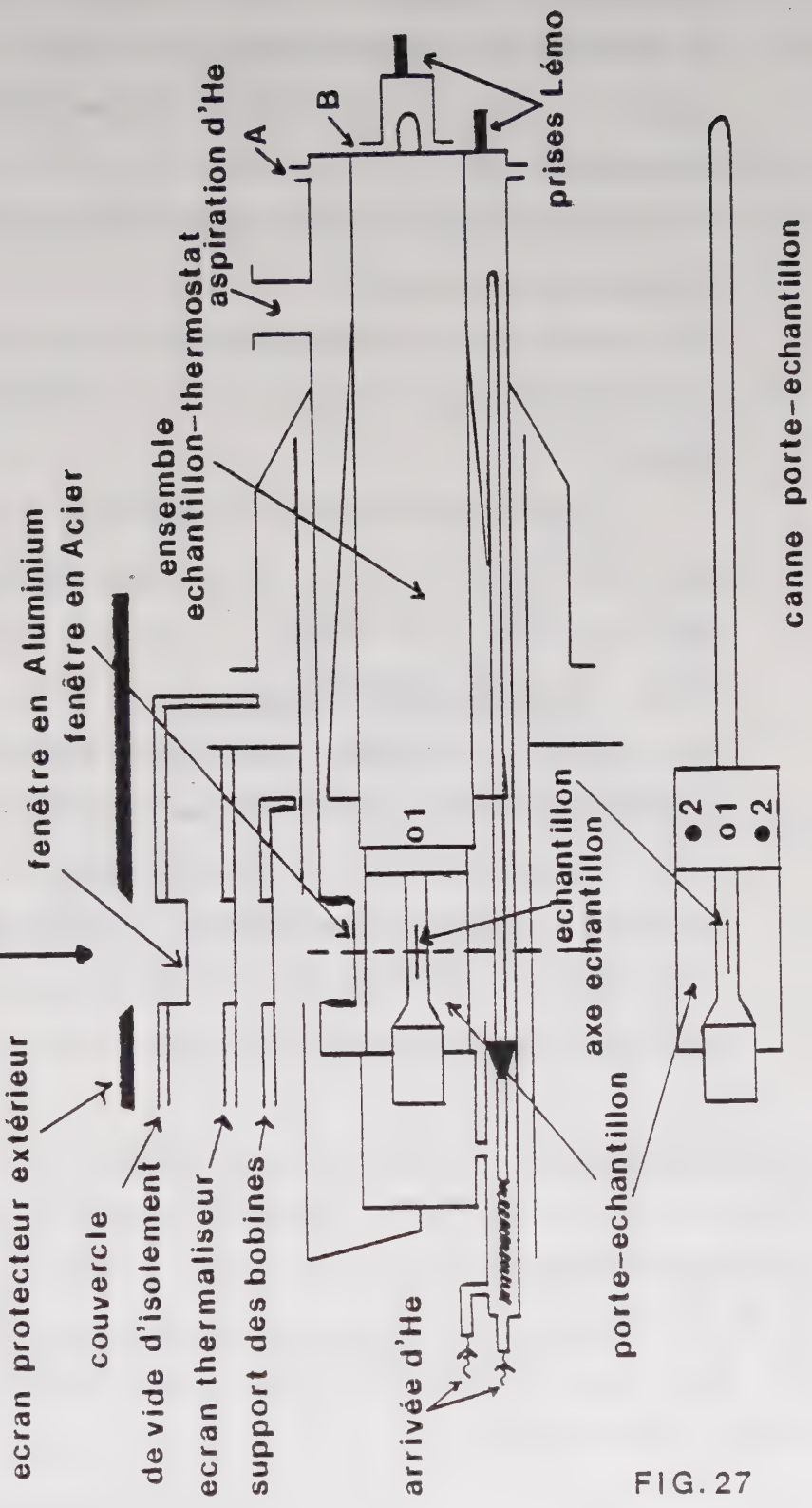

flux d'électrons
fenêtre en Aluminium
fenêtre en Acier
ensemble
échantillon-thermostat
aspiration d'He
A
B
prises Lémo
ecran protecteur extérieur
couvercle
de vide d'isolement
ecran thermaliseur
support des bobines
arrivée d'He
porte-echantillon
axe echantillon
échantillon
canne porte-echantillon
o1
• 2
o 1
• 2

FIG. 27

(vertical) de l'échantillon coincide avec celui de la fenêtre en acier inoxydable. Pour ce faire il faut bien définir la position de l'échantillon par rapport à l'ensemble thermostat. C'est ainsi qu'il faut régler les trois positions suivantes :

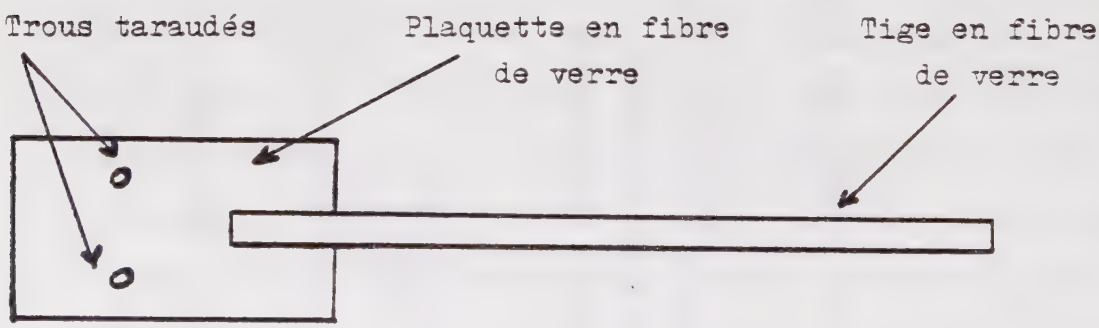
a) la position de la canne porte-échantillon par rapport à l'ensemble thermostat;

b) la position du porte-échantillon par rapport à la canne;

c) la position de l'échantillon par rapport au porte-échantillon.

En ce qui concerne la position a) elle est fixée par une vis (1-fig.27) et un écrou. Ceci nous permet d'avoir une position fixe, nous assure la rigidité de l'ensemble et nous évite un déplacement éventuel de la canne porte-échantillon par rapport à l'ensemble thermostat quand nous introduisons les deux éléments dans l'enceinte expérimentale.

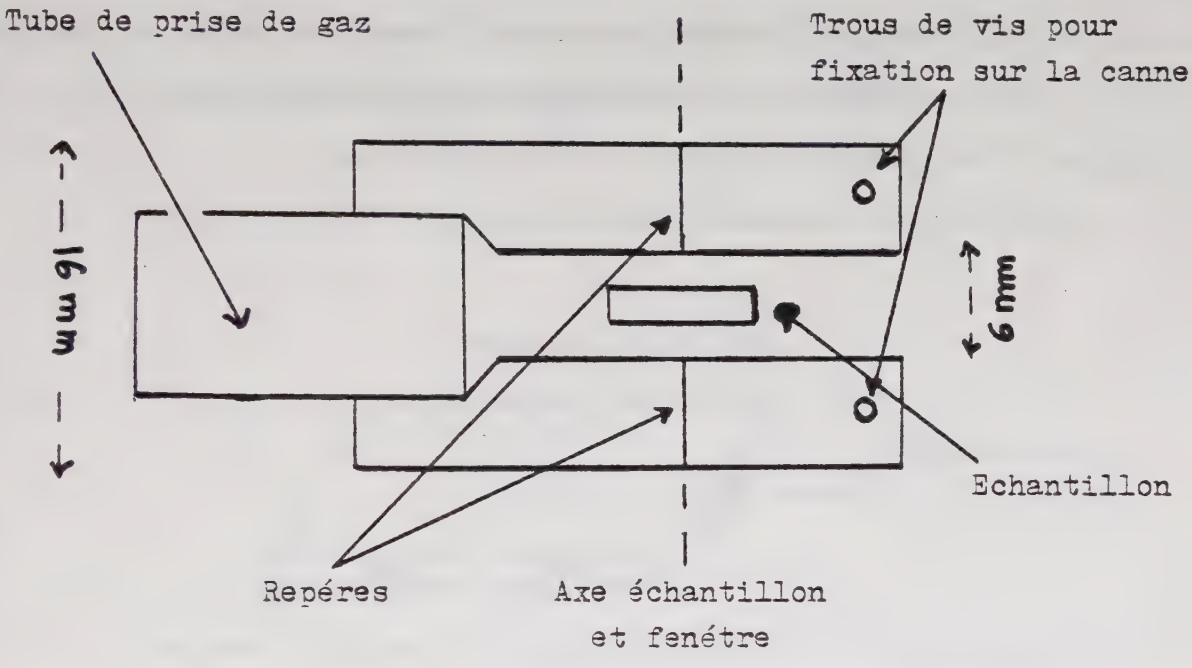
Nous procédons de la même façon pour la position b). En effet la canne porte-échantillon est constituée d'une tige de fibre de verre au bout de laquelle est collée une plaquette rectangulaire (en fibre de verre également).



Le porte-échantillon est posé sur cette plaquette et est maintenu en place à l'aide d'une deuxiéme plaquette. Ainsi

le porte-échantillon est pris entre les deux plaquettes, la rigidité est assurée par deux vis (2-fig.27), et nous fixons ainsi la position du porte-échantillon par rapport à la canne.

Enfin pour la position c) il faut considérer la distance qui sépare l'axe de l'échantillon aux trous de vis.



En prenant la côte qu'il faut respecter, nous traçons des repéres sur le porte-échantillon. Ainsi la seule position à régler en passant d'un échantillon à l'autre est celle qui consiste à faire coincider les repéres tracés sur le porte-échantillon avec l'axe vertical de l'échantillon; les deux autres positions (a et b) sont alors imposées par les trous de vis au moment où nous remontons l'ensemble.

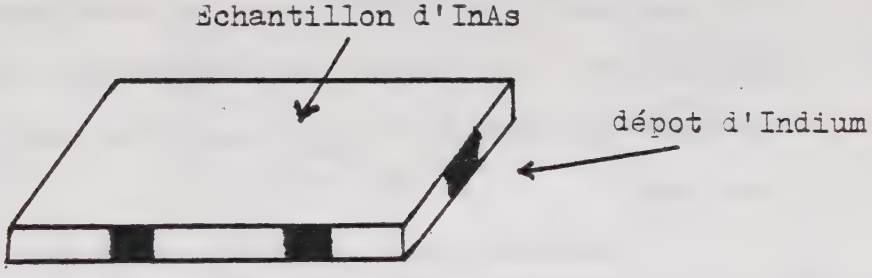
Par ailleurs, pour changer d'échantillon il n'est

pas nécessaire que le cryostat soit chaud, on peut même le faire en ayant de l'Hélium liquide dans le reservoir. En effet, à l'aide des vannes froides il nous est possible d'isoler l'enceinte expérimentale du reservoir d'Hélium et on peut donc retirer aisément l'ensemble thermostat-échantillon. Toutefois une précaution doit être prise pour éviter les entrées d'air, c'est ainsi qu'il faut mettre l'enceinte expérimentale sous une légére surpression d'Hélium, un bouchon remplace l'ensemble retiré et se fixe sur la bride A de l'enceinte expérimentale (fig. 27).

3-2-3- LES CONTACTS ELECTRIQUES

Enfin, il nous reste un dernier probléme à résoudre : les contacts electriques. Dans le cas précédent (irradiations à 0°C) nous avons réalisé des contacts par pression. L'emplacement résérvé à l'échantillon (et son support) est réduit et ne permet pas l'utilisation d'un dispositif similaire. C'est ainsi qu'il fallait trouver une solution permettant d'avoir des contacts electriques ne prenant pas beaucoup de place et qui tiennent à froid.

Nous avons essayé de faire des dépots d'Indium (par évaporation) sur les petites faces de l'échantillon, et de

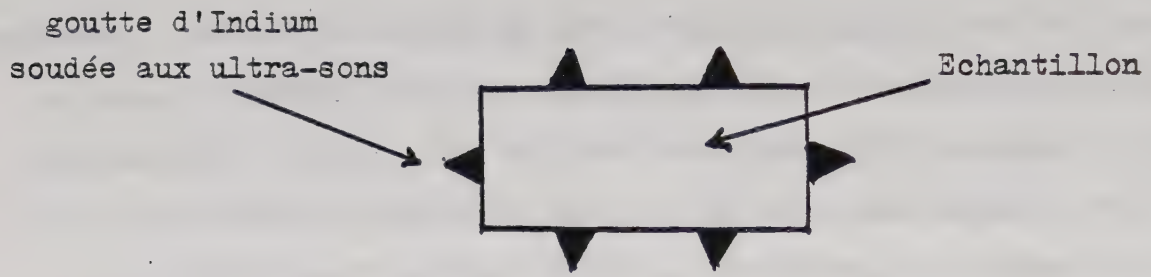


souder ensuite (à l'Indium) des fils (de manganin, de cuivre ou d'Or). Malgré les précautions prises, pour bien nettoyer l'échantillon (avant dépot), les contacts se sont avérés trop fragiles. Nous avons également éssayé le même principe mais en déposant une goutte d'Indium et en chauffant l'ensemble (échantillon + goutte); dans ce cas aussi le résultat était négatif.

Nous avons aussi collé des fils de manganin à l'aide de la pate d'Argent et nous avons porté l'ensemble à 200°C pour polymérisation. Dans ce cas aussi la solution n'était pas efficace (contacts fragiles).

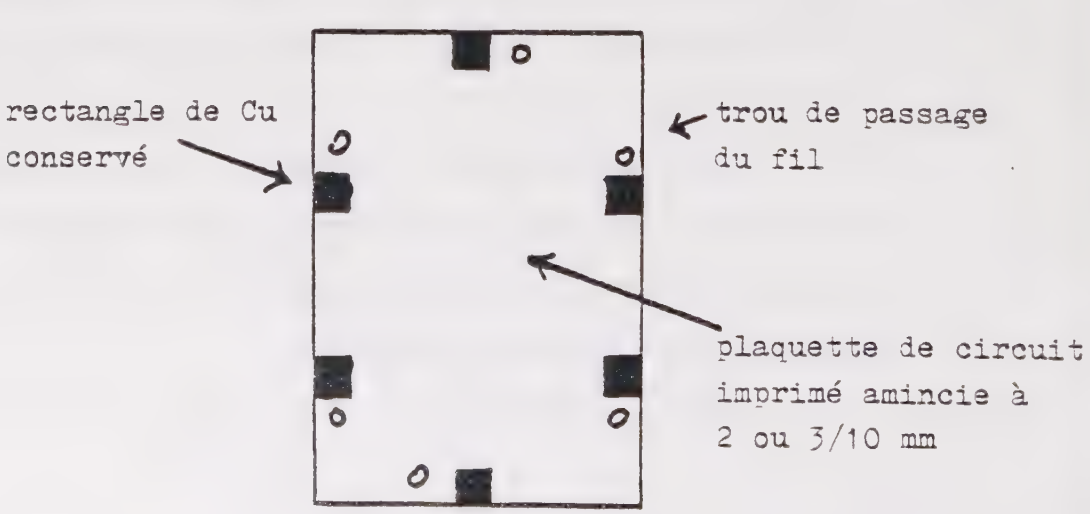
Enfin nous avons soudé des gouttes d'Indium aux

Ultra-sons sur les petites faces de l'échantillon.

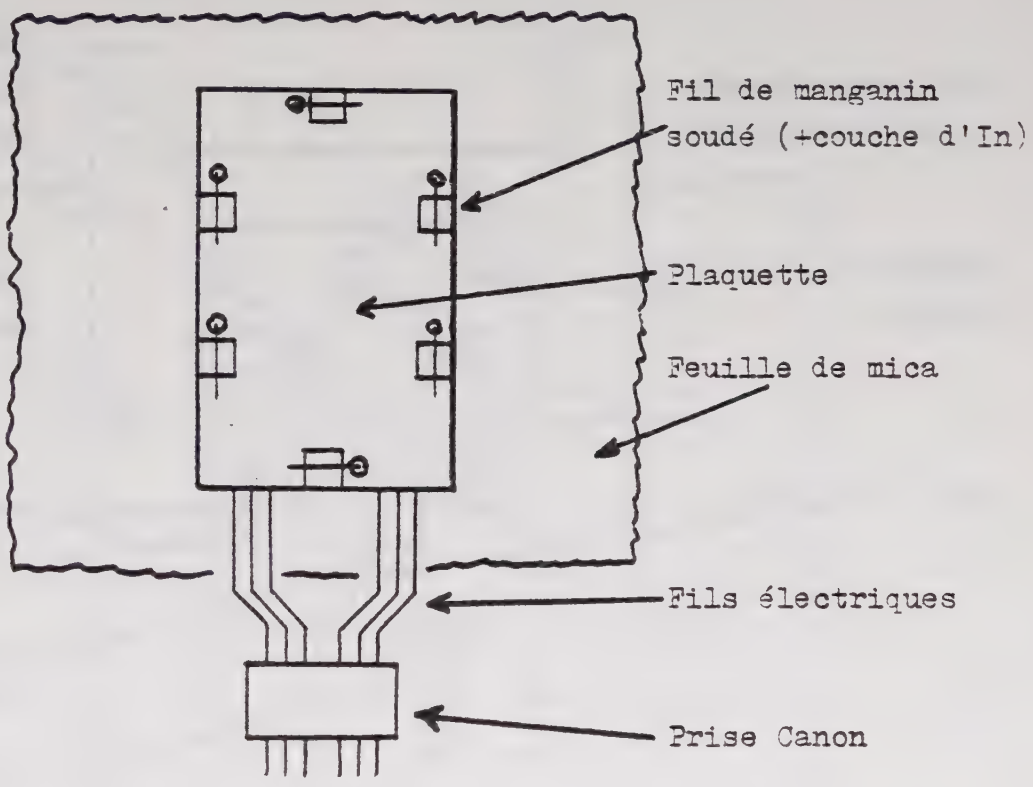


Dans ce cas nous devons effectuer un pont de soudure (à l'Indium) entre ces gouttes et un support comportant des fils electriques; une soudure directe de fils electriques sur les gouttes d'Indium étant exclue. Une telle tentative aurait pour résultat de désouder les gouttes d'Indium. D'autre part si les fils sont directement soudés, le moindre mouvement des fils risque de détériorer la qualité de la soudure. C'est ainsi que nous devons préparer un support destiné à recevoir l'échantillon avec ses gouttes d'Indium soudées.

Pour réaliser un support nous prenons une plaquette de circuit imprimé dont nous réduisons l'épaisseur à environ 2 ou 3/10 mm. Nous conservons six petits rectangles de Cuivre (qui recouvre la plaquette), le reste étant dissout dans une solution de Fer Perchlorure.



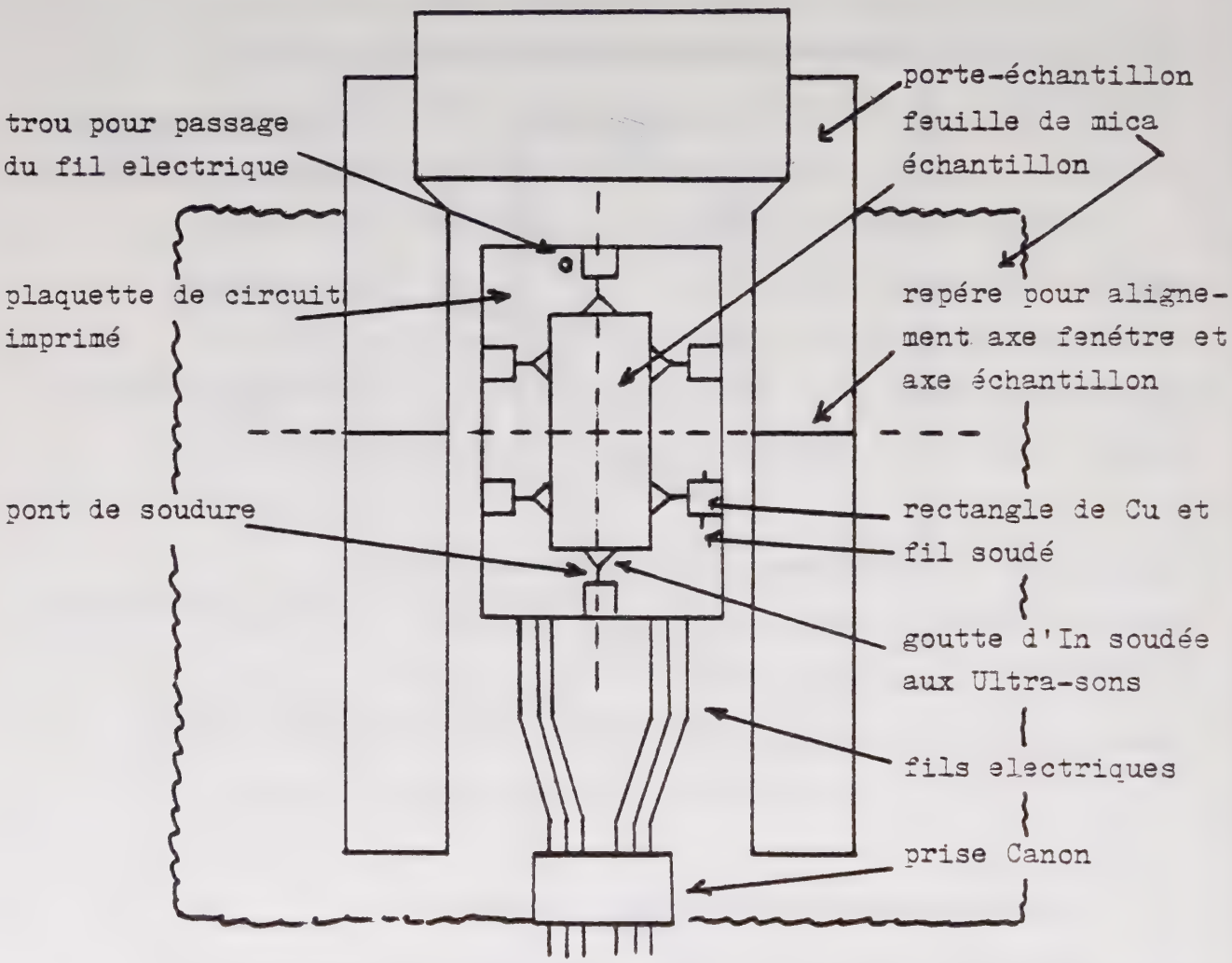
Sur ce support nous soudons un fil de manganin sur chaque rectangle de Cuivre. La soudure est recouverte d'une petite couche d'Indium. Ce fil passe sous le support et arrive au niveau du rectangle de Cuivre en traversant un petit trou situé à proximité de celui-ci. Afin de réduire le volume occupé par ce dispositif, les fils passant sous la plaquette sont collés sur celle-ci, et l'ensemble est collé sur une



feuille de mica (épaisseur 0,1 mm).
Les fils électriques sont repérés et fixés à une prise Canon. Quand ce support est pret, nous pouvons effectuer les ponts de soudure (à l'Indium) entre les gouttes d'Indium (sur l'échantillon) et les rectangles de Cuivre; ainsi le contact électrique est réalisé entre l'échantillon et les fils électriques. D'autre part ayant préparé le support

(jusqu'à la prise Canon) nous réduisons le nombre d'opérations à effectuer, quand l'échantillon est en place, et on évite ainsi de détériorer les contacts.

Le support et l'échantillon sont ensuite collés (par dessous) au porte-échantillon. L'ensemble sera recouvert d'une feuille de mica (pour éviter un contact electrique entre l'échantillon et la fenétre d'irradiation).



La feuille de mica sera ensuite coupée et limitée aux dimensions du porte-échantillon (16×55 mm). Quand nous collons l'ensemble échantillon-support sur le porte-échantillon il faut prendre la double précaution de mettre l'échantillon paralléle au porte-échantillon et de faire coincider son deuxiéme axe (paralléle à la largeur) avec les repéres

tracés sur le porte-échantillon.

Avec cette méthode nous avons pu obtenir de bons contacts électriques qui cadrent avec les dimensions du porte-échantillon (et de son enceinte) et qui tiennent à basse température.

3-3- IRRADIATIONS DES ECHANTILLONS

3-3-1- MESURES PRELIMINAIRES

Comme nous l'avons signalé plus haut (§ 3-2-1), dans cette partie de l'étude nous nous sommes limités aux irradiations des échantillons non dopés (S1). Dans ce cas nous savons que la conduction se fait par une bande d'impuretés ce qui implique que R_H (et par suite n) n'est pas constant en fonction de la température (contrairement aux échantillons dopés et dégénérés). Aussi avant d'irradier nos échantillons il est nécessaire de connaitre,à chaque température, la densité apparente de porteurs et la résistivité électrique et ceci afin de pouvoir détérminer quantitativement les effets de l'irradiation. Ainsi, chaque échantillon a fait l'objet de mesures de R_H et de ρ entre 4,2 et 300 K (fig. 26). Ces mesures ont été faites en deux parties. La premiére partie des mesures (entre 300 et 80 K) a été efféctuée dans un petit cryostat à Azote; la seconde (entre 100 et 4,2 K) dans le cryostat à irradiation. En effet le cryostat à irradiation (ainsi que le matériel nécessaire à son fonctionnement et aux mesures électriques) est installé en permanence dans la cellule d'irradiation et chaque utilisation du cryostat nécessite une occupation des lieux; aussi avons-nous préféré réaliser la premiére partie des mesures dans un autre cryostat. D'autre part nous avons pu ainsi nous rendre compte du bon accord obtenu dans la zone commune de température (100-80 K).

3-3-2- RESULTATS DES IRRADIATIONS

Les échantillons d'InAs de type n (non volontairement dopés) ont étè irradié avec des electrons de 3 MeV. Le flux instantané d'electrons (ϕ_i=5,16.10^{13} $ecm^{-2}mn^{-1}$) a été maintenu constant au cours de toutes les irradiations. Les flux totaux intégrés varient entre 1.10^{15} et 1.10^{16} e/cm^2. Avant irradiation, la température des échantillons est fixée à 4,2 K. Une mesure de la densité des porteurs (n) et de la résistivité electrique (ρ) est effectuée à cette température. Quand le flux d'electrons est envoyé, l'échantillon se retrouve à 20 K et y reste pendant toute la durée de l'irradiation; il se retrouve à 4,2 K (ou à une température inférieure) dés que le flux d'electrons est coupé. Aprés irradiation n et ρ sont mesurés à 4,2 K, ce qui nous permet de détérminer la densité des défauts introduite à 20 K et mesurée à 4,2 K. Nous avons également choisi une autre température de référence : la température de l'irradiation. C'est ainsi qu'aprés la mesure à 4,2 K, l'échantillon est chauffé jusqu'à 20 K, température à laquelle nous effectuons une mesure de n et de ρ ; l'échantillon est ensuite refroidi à 4,2 K avant de procéder à une deuxiéme irradiation. Un controle de n et de ρ est effectué juste avant d'envoyer le flux d'electrons de nouveau et ceci dans le but de déceler un éventuel recuit pouvant avoir lieu entre la fin d'une irradiation et le début de la suivante (temps de mesure, temps nécessaire pour les différentes variations de température, temps nécessaire pour un éventuel appoint d'Hélium liquide,...); les éxpériences ont montré qu'il n'y avait aucun recuit décelable au cours de ces opérations.

Pour se rendre compte que l'irradiation est efficace (flux conséquent, échantillon correctement placé,...) nous controlons les variations de la résistivité électrique pendant le bombardement, ce qui des fois nous évite d'irradier inutilement. C'est selon cette méthode que nous avons cherché les conditions optimales dans lesquelles nous pouvions irradier nos échantillons (flux important, temps d'éxposition raisonnable et flux compatible avec les capacités thermiques du cryostat).

La figure 28 montre les variations de la densité des porteurs (n) en fonction du flux de l'irradiation (ϕ) et la figure 29 celles de la résistivité électrique (ρ) pour les irradiations à 20 K et 70 K.

Nous observons que l'effet dominant de l'irradiation électronique est l'introduction de centres donneurs. La densité des porteurs des échantillons augmente, dans le domaine des flux utilisés, approximativement comme $\phi^{0,35}$. Sur la figure 28 nous avons également porté les variations de n des échantillons irradiés, à 0°C, avec des flux similaires (S14 et S15). Nous trouvons une similitude dans le comportement de la densité des porteurs ($n \propto \phi^{0,4}$). Rappelons toutefois, que pour les irradiations à 0°C nous avons trouvé une variation approximative du type $\phi^{0,5}$, mais en calculant les courbes $n(\phi)$ (à partir de $\Delta n/\Delta\phi$) nous avions constaté une légére réduction de pente vers les faibles doses, ce qui est en accord avec les résultats cités plus haut. Remarquons que les valeurs de n (pour les échantillons irradiés à 0°C) mesurées à 300 K sont comparables à celles mesurées à 20 K (tableau § 3-2-1 et fig. 26); ces derniéres sont toujours inférieures (d'environ 10%) à celles mesurées à 300 K. Enfin les résultats

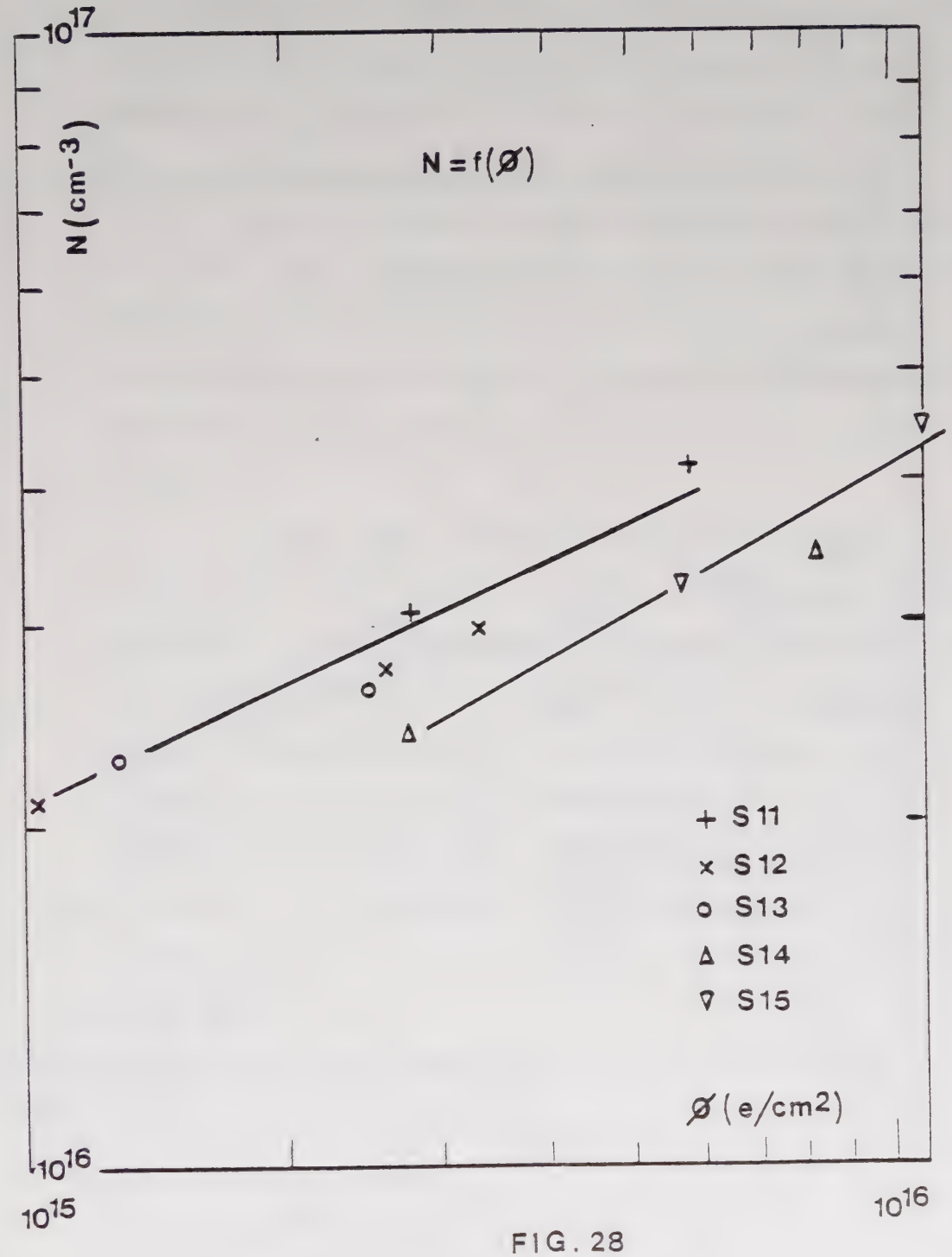


FIG. 28

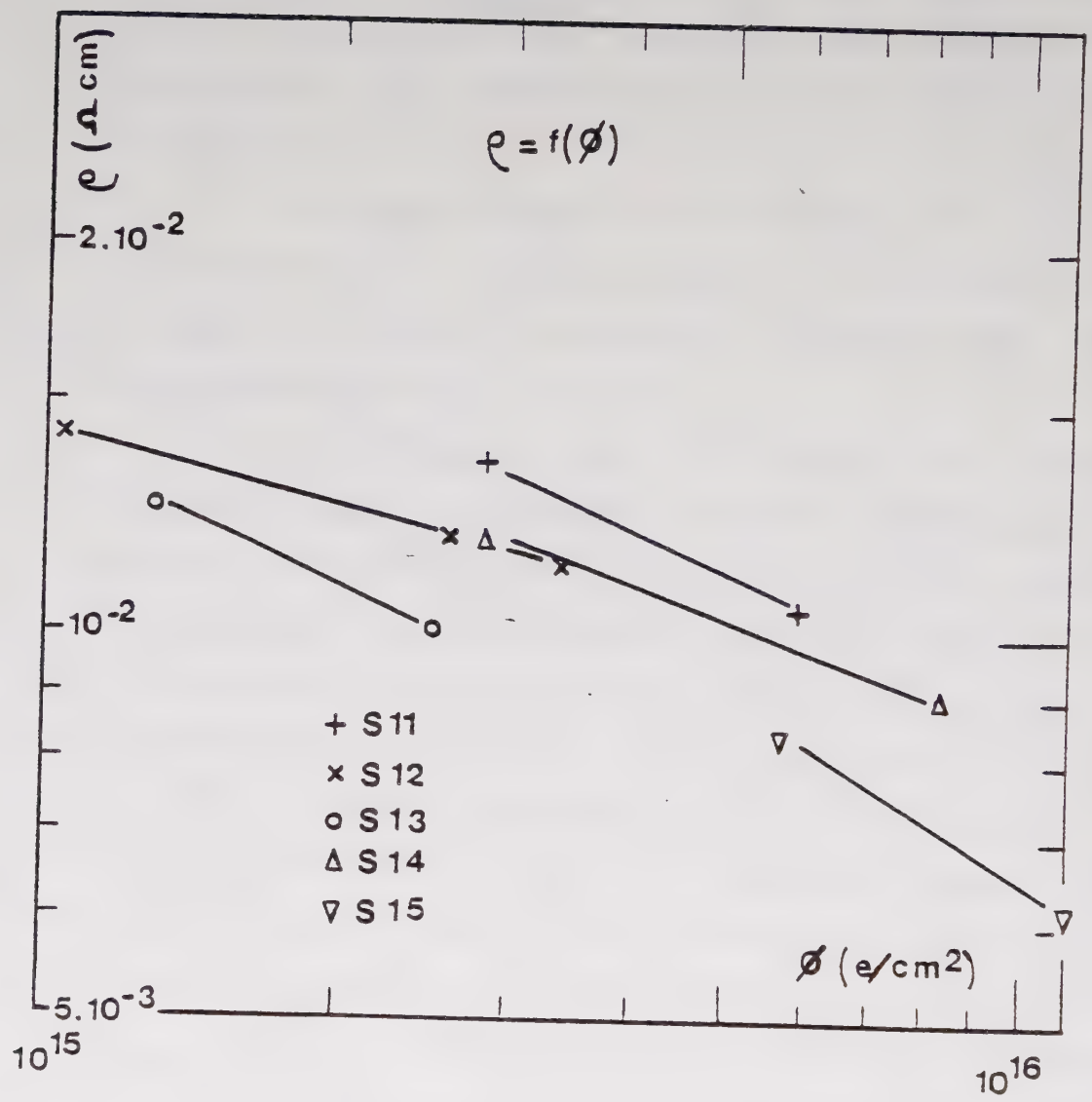


FIG.29

(mesurés à 20 K) concernant l'échantillon S13 ont étè obtenus aprés irradiation de celui-ci vers 70 K. Il faut indiquer que la position des points correspondants sur la figure n'est pas significative, comme nous le verrons plus loin. Ainsi les valeurs de n et de ρ portées sur les figures 28 et 29 sont mesurées à 20 K pour S11, S12 et S13 et à 300 K pour S14 et S15.

Sur la figure 30 nous avons porté les variations de $n_i = n - n_0$ (la densité des centres donneurs induits par l'irradiation) en fonction du flux électronique Ø. Trois cas sont à considérer selon la température de l'irradiation. Irradiations à 20 K (S11 et S12) à 70 K (S13) et à 0°C (S14 et S15).

Ainsi nous observons, que pour un flux donné (compris entre 10^{15} et 10^{16} e/cm^2) la densité des centres créés par l'irradiation augmente quand la température d'irradiation passe de 0°C à 20 K; nous introduisons 2 à 1,8 fois plus de défauts à 20 K qu'à 0°C. Nous trouvons (fig. 30) que,dans le domaine des flux utilisés et pour les trois températures d'irradiation, la densité des défauts (n_i) introduits par l'irradiation est proportionnelle au flux électronique Ø

$$n_i = A \times \emptyset$$

avec approximativement

$$A_{20K} = 3,5 \text{ cm}^{-1} \qquad \text{et} \qquad A_{0°C} = 1,9 \text{ cm}^{-1}$$

(pour les irradiations à 70 K, A_{70K} serait d'environ 2,3cm^{-1})

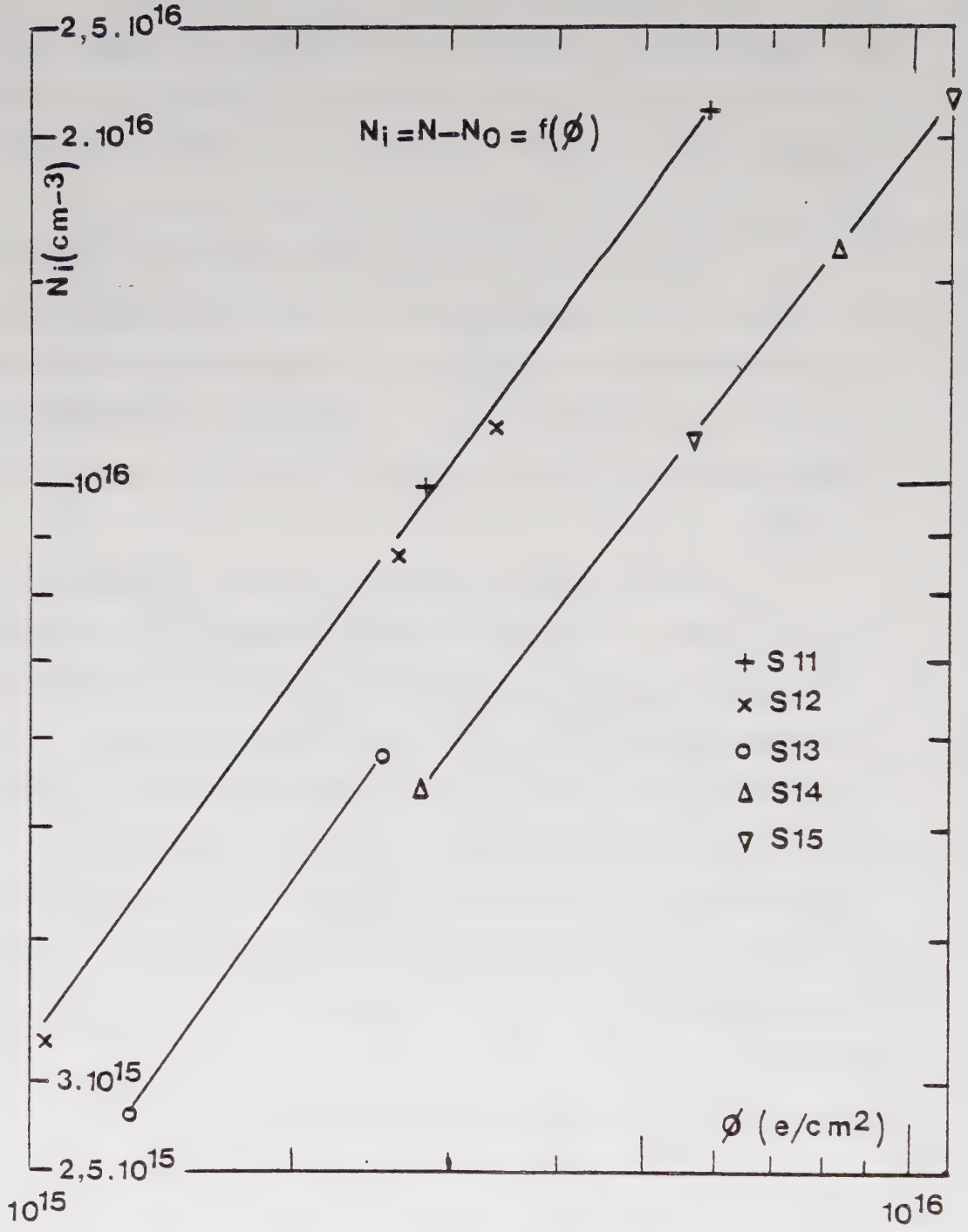

2,5.10^16
2.10^16
10^16
3.10^15
2,5.10^15
10^15
10^16
N_i=N–N_0 = f(Ø)
N_i(cm-3)
Ø (e/cm2)
+ S 11
× S12
o S13
Δ S14
▽ S15

FIG. 30

3-4- RECUIT DES ECHANTILLONS ENTRE 20 ET 300 K

Afin de déterminer le comportement des défauts introduits par l'irradiation et d'étudier leur guérison éventuelle, les échantillons font l'objet d'éxpériences de recuit entre 20 et 300 K.

Durant les éxpériences de recuits isochrones, l'échantillon est réchauffé jusqu'à une certaine température T à laquelle il est maintenu pendant 15 minutes. L'échantillon est ensuite refroidi à 20 K, température à laquelle nous effectuons une mesure de la densité des porteurs (n) et de la résistivité électrique (ρ). Par la suite l'échantillon est de nouveau réchauffé à une température supérieure à T, y est maintenu pendant 15 mn et est refroidi à 20 K pour effectuer les mesures, et ainsi de suite jusqu'à atteindre 300 K. Ainsi les valeurs expérimentales de n et de ρ , avant irradiation, aprés irradiation et aprés recuit sont données à la même température de référence de 20 K (température de l'irradiation).

Par ailleurs pour effectuer les irradiations ainsi que tous les recuits jusqu'à 300 K, deux journées d'expériences sont nécessaires. Durant la premiére journée nous effectuons les irradiations ainsi que les recuits jusqu'à 150 K, le lendemain nous effectuons les recuits entre 150 et 300 K. En effet nous pouvons maintenir notre échantillon à une température inférieure à 150 K (entre 100 et 130 K) durant la nuit séparant les deux journées d'expériences et ceci en effectuant un transfert d'Hélium liquide et en laissant l'enceinte expérimentale en pompage durant la nuit. Un controle de n et de ρ nous permet de constater qu'aucun

recuit supplémentaire n'a lieu pendant la nuit et que nous pouvons reprendre les recuits isochrones à partir de 150 K.

La figure 31 montre les variations de la densité des porteurs de l'échantillon S11 en fonction de la température de recuit, l'échantillon ayant étè irradié à 20 K avec un flux intégré de $5,9.10^{15}$ e/cm^2. Une étape de recuit (appelée A_0) centrée à 120 K est mise en évidence, correspondant à une guérison d'environ 40% des défauts introduits à 20 K. De plus une seconde étape de guérison est amorcée vers 290 K; cette étape est à rapprochée de l'étape précédemment observée entre 0 et 100°C et correspondrait donc à l'étape A_1, d'autant plus que d'autres recuits isochrones (15 mn) allant jusqu'à 55°C ont montré que la deuxiéme étape de recuit se prolonge jusqu'à au moins 330 K.

D'autre part sur la figure 32 nous rapportons les résultats d'un recuit isotherme à 300 K effectué sur un échantillon irradié à 20 K, avec un flux intégré de $3,4.10^{15}$ e/cm^2 et ramené ensuite à 300 K. La figure donne la fraction non recuite de défauts f en fonction du temp de recuit

$$f = (n - n_0) / (n_i - n_0)$$

- n_0 est la densité de porteurs initiale avant irradiation
- n_i est la densité aprés irradiation et une fois l'échantillon ramené à 300 K
- n est la densité mesurée au temp t.

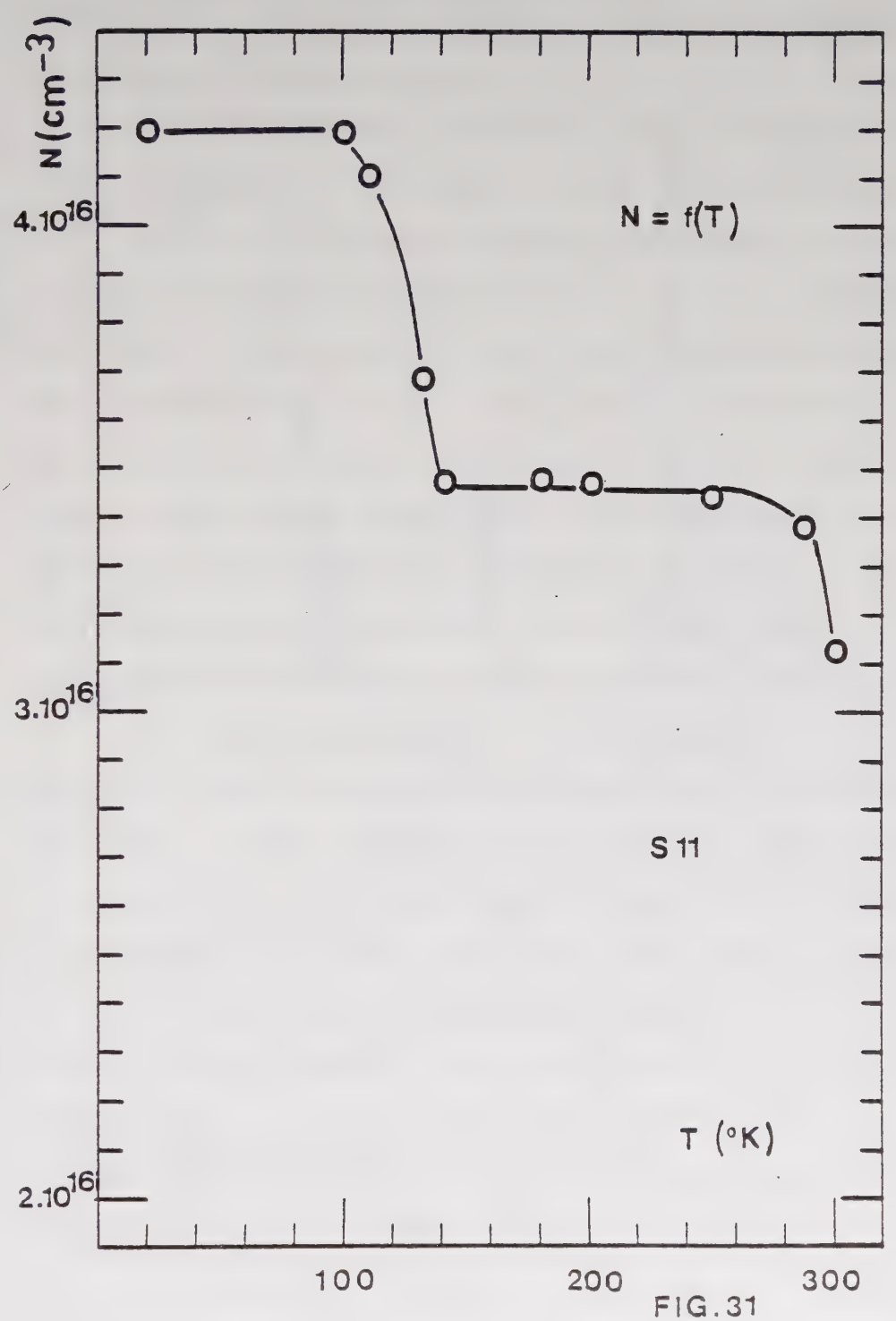


FIG. 31

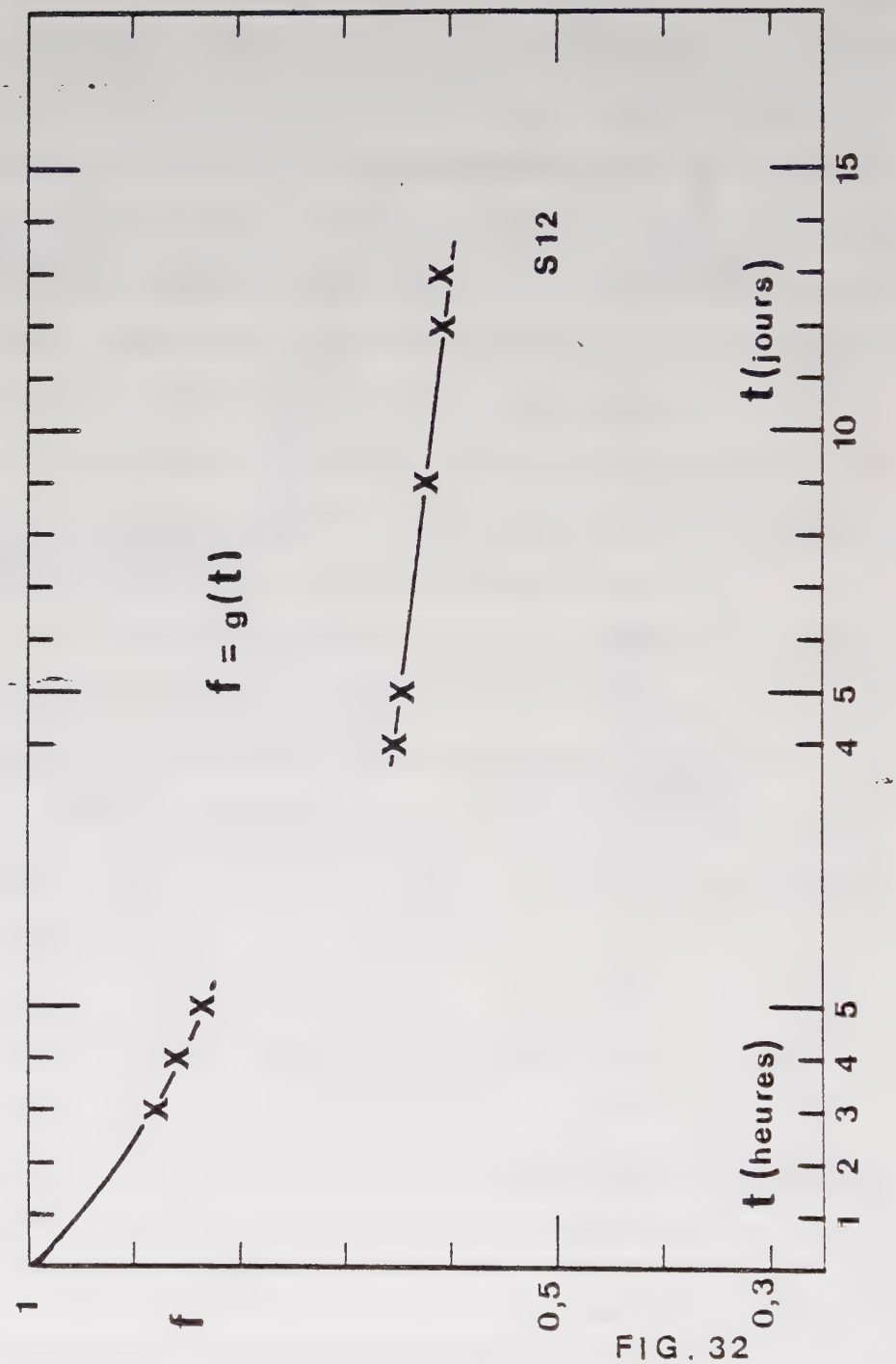


FIG. 32

Les résultats montrent que l'étape de guérison autour de 25°C (étape A_1) représente dans l'échantillon considéré environ 45% des défauts résiduels à 300 K. Ceci indique l'existence d'autres étapes de recuit à plus haute température, lesquelles pourraient éventuellement se confondre avec les étapes A_2 et A_3.

Par ailleurs, la figure 31 qui donne le recuit aprés irradiation à 20 K (avec un flux électronique d'environ 6.10^{15} e/cm^2) montre que la densité des défauts résiduels à environ 290 K est comparable à celle que l'on obtiendrait (voir fig. 28) en irradiant à 0°C un échantillon similaire avec le même flux de 6.10^{15} e/cm^2. Ceci laisse à penser que l'irradiation à 20 K introduit, en plus des défauts du type A_0, des défauts similaires à ceux introduits à 0°C, ainsi que le soulignent les observations ci-dessus. Une confirmation de cette analyse pourra faire l'objet d'autres expériences où les recuits seront poursuivis jusqu'à 500°C.

En ce qui concerne l'irradiation à 70 K, l'effet reste mal compris en raison du nombre réduit d'expériences effectuées à titre exploratoire. Cependant on peut noter que l'effet d'irradiation à 70 K est différent de celui que l'on obtient à 20 K (voir fig. 30). D'une part la densité de défauts introduits est moins importante (un facteur de l'ordre de 1,5) que lors d'une irradiation à 20 K, d'autre part l'absence de recuit entre 20 et 100 K (fig. 31), conduit à penser que les défauts introduits à 70 K ne seraient pas, du moins en partie, de même nature que ceux créés à 20 K.

Lindsay et Banbury, en irradiant des échantillons d'InAs (d'épaisseur 15 à 20 µm) à 80 K avec des électrons de 0,6 MeV, ont observé l'existence de trois étapes de recuit,

dont deux importantes centrées respectivement à 160 et 250 K, et la troisiéme trés réduite ($<1\%$) centrée à 330 K. Seule une trés faible fraction ($<1\%$) des défauts introduits reste stable aprés la troisiéme étape (370 K), les étapes à 160 et 250 K représentant environ 99% de la guérison des défauts.

En comparaison avec nos irradiations à 20 K, il faut noter que si l'étape à 330 K de Lindsay et Banbury est à rapprocher de notre étape A_1, les deux principales étapes à 160 et 250 K de ces auteurs ne sont pas observées aprés irradiation à 20 K. De plus à 280 K, alors que la fraction des défauts guéris aprés les étapes à 160 et 250 K est prés de 99%, elle n'est que d'environ 45% aprés irradiation à 20 K. Il en résulte ainsi que l'effet de l'irradiation à 80 K est différent de celui de l'irradiation à 20 K. Toutefois Lindsay et Banbury signalent l'éxistence d'une décroissance de densité de porteurs centrée approximativement à 120 K, décroissance reversible et qui peut cycler avec la température, tant que l'étape centrée à 160 K n'est pas effectuée, mais qui disparait une fois celle-ci réalisée. Cette étape "réversible" notée par Lindsay et Banbury se situe bien à l'endroit de notre étape A_0. Ce phénoméne de réversibilité est mal compris.

Les résultats du calcul effectué par Lindsay et Banbury relatif aux taux de création des défauts en utilisant des sections efficaces de déplacement pour les atomes d'In et d'As, ont conduit ces auteurs à suggérer que les défauts qui guérissent au cours des recuits résultent de déplacements d'atomes d'Arsenic impliquant différentes énérgies d'activation associées avec les sites intersticiels proches. L'étape à 160 K pourrait ainsi être associée à des paires de Frenkel (lacunes-intersticiels premiers voisins), les deux

autres étapes à des déplacements à plus grande distance. D'aprés nos résultats aprés irradiation à 20 K, ce serait plutôt l'étape à 120 K qui devrait être associée à des paires de Frenkel. Par ailleurs d'autres considérations et résultats (effets des traitements thermiques, effets d'irradiation sur les alliages InP_xAs_{1-x},...) conduisent à penser que les effets essentiels sont à relier également d'une maniére prédominante à des déplacements d'atomes d'Arsenic.

CONCLUSIONS

Le présent travail comporte deux parties. La premiére est relative à la conception d'un cryostat d'irradiation à Hélium et la seconde porte sur l'étude des effets de l'irradiation électronique (3 MeV) à 0°C et à 20 K dans l'Arséniure d'Indium de type n (non dopé et dopé au Tellure).

A/ CONCEPTION ET MISE AU POINT D'UN CRYOSTAT D'IRRADIATION A HELIUM (5 - 300 K)

Le cryostat à irradiation, conçu et mis au point est un cryostat à circulation d'Hélium 4. Avec ce cryostat nous pouvons effectuer des irradiations à des températures comprises entre 5 et 300 K. En dehors du flux d'électrons la température de l'échantillon peut atteindre 2 K.

Le cryostat est muni de deux bobines supraconductrices qui produisent un champ magnétique stable et connu à mieux que 1%.

Un systéme de régulation de la température, fait partie de l'installation. Il nous permet de réaliser des expériences de recuits (isochrones et isothermes) à toute température comprise entre 4,2 et 300 K.

La mesure de la température de l'échantillon se fait à l'aide de résistances (de Carbone et de Platine) étalonnées; elle est connue à mieux que 5% et sa reproductibilité se fait avec une incertitude mieux que 1%. La mesure de la température n'est pas altérée quand le cryostat et l'échantillon sont soumis au flux d'électrons.

Un systéme de vannes froides permet de réduire la consommation d'Hélium liquide quand le cryostat n'est pas sous irradiation. Cette consommation est de 1,5 l HeL/H ou de 700 cm^3 HeL/H selon que le cryostat est sous irradiation ou non.

L'autonomie en Azote liquide est de 24 Heures et la consommation est de 360 cm^3 N_2L/H.

La puissance maximale que peut évacuer le cryostat est de 0,8-0,9 Watt. Cette puissance correspond à un flux électronique instantané de $5,2.10^{13}$ $e/cm^2/mn$. Ce flux est obtenu avec un courant d'électrons de 200 µA, un balayage de 50% et une distance de 44 cm entre l'échantillon et la fenétre de sortie des électrons. Dans ces conditions un effet mesurable de l'irradiation est rapidement obtenu avec un temps d'exposition relativement court (20mn). Par ailleurs, dans ces mêmes conditions expérimentales, la température de l'échantillon se stabilise à 20 K, quand celui-ci est soumis au flux électronique.

La température d'irradiation de 20 K, n'est pas une limite imposée par les performances du cryostat et il est parfaitement possible d'irradier à plus basse température. Pour ce faire il suffit de réduire le flux instantané d'électrons. En revanche les temps d'exposition nécessaires pour obtenir un effet mesurable se trouveront allongés.

Ainsi la souplesse d'utilisation du cryostat, ses possibilités d'adaptation aux expériences et aux buts recherchés et la large gamme de température à l'intérieur de laquelle il peut travailler, font de cet instrument un moyen puissant (et nouveau) qui nous permet d'élargir nos moyens d'investigations.

C'est ainsi qu'il est possible d'irradier l'InAs à 70-80 K, puisqu'il semble qu'à cette température les effets de l'irradiation sont différents de ceux observés aprés irradiation à 20 K. De même il est possible de compléter les études déjà réalisées sur d'autres semi-conducteurs et dont les températures d'irradiation sont restées, jusqu'ici, relativement hautes.

B/ ETUDE DES EFFETS D'IRRADIATIONS ELECTRONIQUES DANS L'ARSENIURE D'INDIUM DE TYPE N

- IRRADIATIONS A 0°C

Les échantillons d'InAs de type n, non dopés ($n \sim 2.10^{16}$ cm^{-3}) et dopés au Tellure ($1,2.10^{17}$; 2.10^{17} et $3,5.10^{17}$ cm^{-3}) ont étè irradiés à 0°C avec des électrons de 3 MeV. Les flux intégrés sont compris entre 1.10^{16} et 3.10^{18} e/cm^2.

En accord avec de précédents travaux, l'effet principal observé est l'introduction de centres donneurs. La densité des centres introduits varie d'une façon quasi-linéaire avec le flux électronique (Ø faible - S1).

Le taux d'introduction de défauts décroit de 2 à 0,07 cm^{-1} quand le flux augmente. L'influence du niveau de Fermi sur ce taux a étè mise en évidence. L'analyse de cette influence nous a permis de calculer des courbes $n(Ø)$ qui s'ajustent, d'une maniére satisfaisante, à nos résultats expérimentaux.

Les expériences de recuits isochrones, entre 0 et 500°C, nous ont permis de mettre en évidence trois étapes de

guérison : A_1, A_2 et A_3 situées respectivement entre 0 et 100°C, 100 et 200°C et 200 et 450°C. Généralement à la fin de la derniére étape, la guérison des défauts introduits est presque totale et seuls 10-15% des défauts introduits restent stables aprés 500°C.

L'importance relative de la double étape A_1+A_2 et de l'étape A_3 a étè étudiée en fonction du flux. C'est ainsi que A_1+A_2 semble se saturer à haute dose (1.10^{18} e/cm^2) pendant que les centres A_3 deviennent prépondérants.

Le traitement thermique des échantillons irradiés et non irradiés a donné lieu à l'apparition d'un phénoméne d'"anti-recuit" à d'autant plus haute température que l'échantillon est fortement dopé ou fortement irradié. Ce phénoméne a étè associé à l'introduction de centres donneurs par voie thermique. Il apparait que cette augmentation de la densité est d'une part favorisée par l'irradiation (phénoméne plus prononcé dans les échantillons irradiés que dans les échantillons non irradiés) et d'autre part réduite par la présence des centres du type A_3 (le phénoméne est moins prononcé quand A_3 est prépondérant par rapport à A_1+A_2, c'est-à-dire quand la dose d'irradiation devient élevée). La réversibilité du phénoméne conduit à penser que son origine est intrinséque et pourrait éventuellement être associée à des déplacements d'atomes d'Arsenic.

Enfin, remarquons que les comportements des échantillons dopés et non dopés sont identiques ce qui suggére que les effets significatifs de l'irradiation sont indépendants des impuretés Tellure.

- IRRADIATIONS A 20 K

Les échantillons d'InAs non dopés ont étè irradiés à 20 K avec des flux compris entre 1.10^{15} et 1.10^{16} e/cm^2. La densité des centres donneurs introduits varie linéairement avec le flux; $n_i - n_o = A \times \emptyset$ avec $A = 3,5$ cm^{-1} contre $A = 1,9$ cm^{-1} pour les échantillons similaires ayant reçu des doses équivalentes à 0°C. Ainsi le taux d'introduction de défauts est approximativement 1,8 fois supérieur à celui obtenu aprés les irradiations à 0°C.

Les recuits isochrones entre 20 et 350 K ont permi de mettre en évidence une étape de recuit A_0 centrée à 120 K et représentant environ 45% de guérison des défauts introduits. De plus une seconde étape, commençant vers 290 K, a étè observée et a étè rapprochée à l'étape A_1 mise en évidence précédemment.

Nous avons observés par ailleurs, qu'à flux égal l'effet d'une irradiation à 20 K suivie d'un recuit jusqu'à 290 K est comparable à l'effet d'une irradiation à 0°C.

D'autre part un recuit isotherme à 300 K montre l'éxistence de défauts autres que A_1, ce qui suggére que l'irradiation à 20 K introduit des centres A_0 et en plus des défauts A_1 et probablement des défauts A_2.

Des investigations ultérieures devraient pouvoir mieux établir une similitude des défauts (autres que A_0) introduits à 20 K et à 0°C.

Enfin, le calcul effectué par Lindsay et Banbury et relatif aux taux de création de défauts en utilisant des sections efficaces de déplacement pour les atomes d'Indium et d'Arsenic, a conduit ces auteurs à suggérer que l'étape

de recuit à 160 K pourrait être associée à des paires de Frenkel. D'aprés les résultats des irradiations à 20 K, nous sommes conduits à penser que ce serait plutot l'étape de recuit (A_0) située à plus basse température (120 K) qui devrait être associée à des paires de Frenkel.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

J.H. ALBANY et M. VANDEVYVER, Phys. Rev. 160, 633 (1967)

L.W. AUKERMAN, Phys. Rev. 115, 1125 (1959)
Phys. Rev. 115, 1133 (1959)

R. BAUERLEIN, Z. Naturforshg. 14a, 1069 (1959)
Z. Naturforshg. 16a, 1002 (1961)

D. BORDE, Thése présentée à la Faculté des Sciences de Paris (1967)

J.C. BOURGOIN et J.W. CORBETT, Inst. Phys. Conf. Ser. 23, 149 (1975)

BURGER, La supraconductivité des métaux des alliages et des couches minces, Masson et Cie

J.W. CLELAND et J.H. CRAWFORD,Jr., Phys. Rev. 95, 1177 (1954)

J.W. CLELAND, J.H. CRAWFORD,Jr. et J.C. PIGG, Phys. Rev. 98, 1742 (1955)

J.W. CLELAND et J.H. CRAWFORD,Jr., Phys. Rev. 100,1614 (1955)

J.W. CORBETT, Radiative damage in semiconductors and metals, Academic Press, New York, 1966

J.R. DIXON, Bull. Amer. Phys. Soc., 3, 120 (1959)
J. App. Phys., 30, 1412 (1959)

J.R. DIXON et D.P. ENRIGHT J. App. Phys. 30, 753 (1959)
J. App. Phys. 30, 1462 (1959)

J.T. EDMOND et C. HILSUM, J. App. Phys. 31, 1300 (1960)

D. EFFER, J. Electrochem. Soc., 108, 257 (1961)

F.H. EISEN, Phys. Rev. 123, 736 (1961)
7th Inst. Conf. Phys. Semicon. (3), 163, Paris-Royaumont 1964-Dunod
Phys. Rev. 148, 828 (1966)
Radiation Effects in Semiconductors, 273, Gordon and Breach Science Publishers, New York 1970

H.Y. FAN, 7th Inst. Conf. Phys. Semicon. (3), 1 Paris-Royaumont 1964-Dunod

H.Y. FAN et K. LARK-HOROVITZ, Proce. Inst. Conf. Semicon. Garmish-Partenkirchen, 1956

C.S. FULLER et K.B. WOLFSTRIN, J. Electrochem. Soc. 114, 856 (1967)

E. GMELIN, R. SAFFERT et H. SHONTEICH, Cryogenics, Nov.1978, 596

D.E. HILL, Phys. Rev. 114, 1414 (1959)

C. HILSUM, Proc. Phys. Soc. 73, 685 (1959)

V.V. KARATAEV, G.A. NEMTSOVA, N.S. RYTOVA et T.G. YUGOVA, Sov. Phys. Semicon. 11(9), 982 (1977)

W.K. KEESOM, Helium Elsevier 1942

N.P. KEKELIDZE et G.P. KEKELIDZE,
Inst. Phys. Conf. Ser 16, 387 (1972)
Inst. Phys. Conf. Ser 31, 387 (1977)

S.S. KULIN et A.S. KURTZ, Acta Metallurgica, 2, 352 (1954)

M. LADJEMI, J. LELOUP, H. DJERASSI et J.H. ALBANY, Inst. Phys. Conf. Tbilisi, USRR (1979)

D.V. LANG, Inst. Phys. Conf. Ser 31, 70 (1977)

J. LELOUP, H. DJERASSI et J.H. ALBANY, Inst. Phys. Conf. Ser 23, 367 (1975)

J. LELOUP, M. DERDOURI et H. DJERASSI, Inst. Phys. Conf. Ser 31, 372 (1977)

J. LELOUP, M. LADJEMI, H. DJERASSI et J.H. ALBANY, Inst. Phys. Conf. Ser 46, 385 (1978)

O. LINDBERG, Proc. I.R.E. 40, 4, 1414 (1952)

D.J.C. LINDSAY et P.C. BANBURY, Inst. Phys. Conf. Ser 16, 34 (1972)

J.W. MACKAY et E.E. KLONTZ, 7th Inst. Conf. Phys. Semicon. (3), 11, Paris-Royaumont 1964-Dunod

N.A. MORA, J.J. LOFERSKI et S. BERMON, Defects in semiconductors, Session 2, 103 (1972)

J.A. NABER, C.E. MALLON et R.E. LEADON, Inst. Phys. Conf. Ser 16, 26 (1972)

M. SOUKIASSIAN, Thése présentée à l'Université de Reims-1975

M. SOUKIASSIAN, J.H. ALBANY et M. VANDEVYVER, Inst. Phys. Conf. Ser 31, 395 (1977)

VAVILOV, Effects of radiation on semiconductors, Consultant bureau, New York (1965)

N.A. VITOVSKII, T.V. MASHOVETS, O.V. OGANESYAN et N.Kh. PAMBUKHCHYAN, Sov. Phys. Semicon. 12(9), 1106 (1978)

G.K. WERTHEIM, Phys. Rev. 110, 1272 (1958)

Ed.R.K. WILLARDSON et A.C. BEER, 4, 343 Academic Press, New York, 1968

F.A. ZAITOV et A.Ya. POLYAKOV, Sov. Phys. Semicon. 12, 1055 (1978)

TABLE DES MATIERES

Introduction 1

Premiére partie :

Etude et mise au point d'un dispositif expérimental d'irradiation électronique et de mesures électriques à basse température (5-300 K)

1 Objectifs de l'installation 7

2 Conception de l'installation 8

3 Le Dewar-bain d'Hélium 15

4 Les bobines supraconductrices et leur support 18

4-1 Le support des bobines 18

4-2 Les bobines supraconductrices 20

5 L'enceinte expérimentale 24

6 Le circuit Hélium et les vannes froides 27

6-1 Commande des vannes froides 27

6-2 Débit des tubes capillaires 30

7 Etanchéité de la partie froide de l'installation 34

8 Mesure et régulation de la température 40

8-1 Thermométres de mesure et de régulation 41

8-2 Thermométres de controle 41

8-3 Régulation de la température 43

8-4 Tiroir utilisé 45

9 Mise en route et performances du cryostat 48

9-1 Mise en route 48

9-2 Performances du cryostat 52

9-2-1 Refroidissement de l'ensemble du cryostat et de l'échantillon 52

9-2-2 Mesure et régulation de la température de l'échantillon 53

9-2-3 Performances sous irradiation 55

10 Conclusion 60

Deuxiéme partie :

Effets de l'irradiation électronique sur l'Arséniure d'Indium de type n

1 Introduction 62

2 Irradiations à 0°C 64

2-1 Dispositif expérimental 64

2-1-1 Dispositif expérimental d'irradiation 64

2-1-2 Méthode de mesure de l'effet Hall 66

2-2 Echantillons utilisés 69

2-3 Résultats des irradiations 73

2-4 Taux d'introduction de défauts 81

2-5 Recuits des échantillons 87

2-6 Centres donneurs induits par le traitement thermique 93

3 Irradiations à basse température 98

3-1 Rappel des conditions expérimentales 98

3-2 Echantillons utilisés 100

3-2-1 Les échantillons 100

3-2-2 Les échantillons et le flux d'électrons 102

3-2-3 Les contacts électriques 107

3-3 Irradiations des échantillons 112

3-3-1 Mesures préliminaires 112

3-3-2 Résultats des irradiations 113

3-4 Recuits des échantillons entre 20 et 300K 119

Conclusions 126

Références bibliographiques 132